

**ALÜMİNA BÜNYELERİN PEKTİN KULLANILARAK JEL DÖKÜM
İŞLEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Nuriye GÖKTAŞ

Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Derya Yeşim HOPA

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Şubat 2019

Bu tez çalışması 18.KARİYER.105 numaralı proje ile BAPK tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ALÜMİNA BÜNYELERİN
PEKTİN KULLANILARAK JEL DÖKÜM İŞLEMİYLE
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Nuriye GÖKTAŞ

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Derya Yeşim HOPA

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ŞUBAT 2019

TEZ ONAY SAYFASI



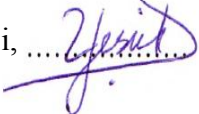
Nuriye GÖKTAŞ tarafından hazırlanan “**Alümina Bünyelerin Pektin Kullanılarak Jel Döküm İşlemiyle Üretimi ve Karakterizasyonu**” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 08/02/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği** ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Dr. Öğr. Üyesi Derya Yeşim HOPA

Başkan : Doç. Dr. Fatma EROĞLU,
Ankara Ün., Fen Edebiyat Fakültesi,

Üye : Prof. Dr. Meltem DiLEK
Afyon Kocatepe Ün. Mühendislik Fakültesi,

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Derya Yeşim HOPA
Afyon Kocatepe Ün. Mühendislik Fakültesi,

İmza




Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

.....
Prof. Dr. İbrahimEROL
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

08.02.2019

Nuriye GÖKTAŞ



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ALÜMİNA BÜNYELERİN PEKTİN KULLANILARAK JEL DÖKÜM İŞLEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Nuriye GÖKTAŞ

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Derya Yeşim HOPA

Bu çalışmada, farklı oranlarda pektin ilavesiyle şekillendirilmiş alümina numunelerin fiziksel ve mekanik özellikleri karşılaştırılmıştır. Jel döküm işlemi gözeneksiz silikon kalıplarda gerçekleştirilmiştir. Döküm sonrasında kurutulan numunelere üç nokta eğme mukavemeti testleri ve mikroyapı analizleri gerçekleştirilerek değerlendirmeler yapılmıştır. Kurutulmuş numuneler 1500 °C' de sinterlenmiş ve sinterlenme sonrası üç nokta eğme mukavemeti, gözeneklilik tayinleri ve mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlara göre pektin miktarı ile birlikte jelleşmeyi başlatan jelleştirici madde olan CaCl_2 ' ün miktarının da çok önemli olduğu görülmüştür. İkinci seri olan %0.15 CaCl_2 kullanılan bünyelerin yaş mukavemet değerleri oldukça yüksek bulunmuştur. Bu seride en yüksek yaş mukavemet değeri %1.5 pektin içeren numuneye ait olup 8.61 MPa değerindedir. Standart numunenin yaklaşık 11 MPa olan mukavemet değerine oldukça yakındır. Başarılı olan bu serinin pişirim sonrası fiziksel ve mekanik özellikleri de incelenmiştir. Pişirim sonrasında pektin miktarı %1.5 değerinden daha fazla artırıldığında açık porozite artmakta ve görünür yoğunluk değerleri azalmaktadır. Pişirim sonrasında en yüksek mukavemet değeri %1 pektin içeren numuneye ait olup (158 MPa) mukavemet değeri standart numuneden (118 MPa) yüksek bulunmuştur. Bu miktardan sonra artan pektin miktarının pişirim sonrası gözenekliliği artırarak mukavemet değerinde düşüşe neden olduğu sonucuna varılmıştır. Mikroyapı analizleri sonuçlarına göre, pektin içeren numunelerin orta kısımlarının yoğun,

gözeneksiz bir yapıda iken kenar bölgelerinde numuneyi terkedememiş hava kabarcıklarının olduğu gözlenmiştir. Bu durum artan pektin miktarıyla birlikte açık gözenekliliğin artışı açıklanmaktadır. Ayrıca ileride yapılacak çalışmalarda hava kabarcığı uzaklaştırma işleminin daha etkili yapılması durumunda pektin ile jel döküm yoluyla şekillendirilmiş numunelerin daha yüksek mukavemet değerlerine sahip olarak elde edilebileceği düşünülmektedir.

2019, xii + 72 sayfa

Anahtar Kelimeler: Alümina, Jel Döküm, Pektin

ABSTRACT
M.Sc. Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ALUMINA BODIES VIA
GELCASTING BY USING PECTIN

Nuriye GÖKTAŞ

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemical Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Derya Yeşim HOPA

In this study, the physical and mechanical properties of alumina samples formed by the addition of pectin at different ratios were compared. The gel casting process was carried out in non-porous silicone molds. Three point bending strength tests and microstructure analyzes were performed to the dried samples. The dried samples were sintered at 1500 °C and three point bending strength, porosity determinations and microstructure investigations were performed after sintering. According to the results, it was observed that the amount of CaCl_2 which is the gelling agent which started the gelation together with the amount of pectin is also very important. The second series, 0.5% CaCl_2 , was found produced effectively by gel casting. In these samples, the highest strength value belongs to the sample containing 1.5% pectin and it is 8.61 MPa which is very close to that of the standard body (11 MPa). The physical and mechanical properties of this successful samples after firing were also investigated. When the amount of pectin is increased by more than 1.5% after firing, the open porosity increases and the apparent density values decrease. The highest bending strength was obtained by using %1 pectin. The strength value of this sample was 158 Mpa which is higher than that of standard body (118MPa). It was concluded that increased amount of pectin caused decrease in strength after increasing the porosity after firing. According to the results of microstructure analyzes, it was observed that the middle parts of the pectin containing samples were in a dense, non-porous structure and air bubbles could not be left in the edge regions. This explains the increase in open porosity with the increasing amount of pectin. In addition, for future works, it is thought that air bubble removal can be

obtained for higher strength values of samples formed by gel casting with pectin if air bubble removal is done more effectively.

2019, xii + 72 pages

Keywords: Alumina , Gelcasting, Pectin

TEŐEKKÜR

Bu arařtırmanın konusu, deneysel alıřmaların ynlendirilmesi, sonuların deęerlendirilmesi ve yazımı ařamasında yapmıř olduęu byk katkılarında dolay tez danıřman hocam Sayın Dr. ęr. yesi Derya Yeřim HOPA hocama teőekkr bir bor bilirim.

Arařtırma ve yazım sresince yardımlarını esirgemeyen Prof. Dr. Meltem DİLEK'e, Dr. ęr. yesi Oęuzhan ALAGZ'e, Arř. Gr. Dr. Nazan YILMAZ'a, Malzeme Mhendislięi blm Arř. Gr. Burcu KALYONCUOęLU'na, İstanbl Ayvansaray niversitesi ęr. Gr. Nur Seda řAHİN'e ve laboratuvar teknikeri İbrahim YALINKAYA'ya teőekkrlerimi sunarım.

Her konuda neri ve eleřtirileriyle yardımlarını grdęm hocalarıma ve arkadařlarıma teőekkr ederim.

Ayrıca Yksek Lisans tez ařamamda, yksek lisans bursu saęlayan18.KARİYER.105numaralı proje ile bu alıřmayı maddi olarak destekleyen Afyon Kocatepe niversitesi BAPK birimine teőekkr ederim.

Hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme sayg, sevgi ve teőekkrlerimi sunarım.

Nuriye GKTAř

AFYONKARAHİSAR, 2019

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	vi
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xi
RESİMLER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ	3
2.1 Alümina	3
2.1.1 Alümina Tanımı ve Özellikleri.....	3
2.1.2 Boksit ve Mineralleri	7
2.1.2.1 Gibsit.....	8
2.1.2.2 Böhmit	9
2.1.2.3 Diasporit.....	9
2.1.3 Bayer Prosesi	11
2.1.4 Dünyada ve Türkiye’de Alümina	12
2.1.5 Alümina Bazlı Seramikler ve Kullanım Alanları	14
2.2 Jel Döküm İşlemi	18
2.2.1 Jel Dökümü İle Şekillendirme	18
2.2.2 Jel Döküm İşleminde Polisakartilerin Kullanımı	19
2.3 Pektin	22
3. MATERYAL ve METOT	25
3.1 Materyal	25
3.2. Metot	26
3.2.1 Kullanılan Cihazlar ve Yöntem	26
3.2.2 Pektin Çözeltileri Hazırlama ve Reolojik Analizleri	29
3.2.3 Süspansiyon Hazırlama ve Standart Bünyelerin Oluşturulması.....	31
3.2.4 Pektin Kullanılan Alümina Bünyelerin Jel Döküm İşlemi	32
3.2.5 Sinterleme	34
3.3 Karakterizasyon	35

3.3.1 Porozite Ölçümü	35
3.3.2 Küçülme	36
3.3.3 Üç Nokta Eğme Mukavemeti	37
3.3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı Analizleri.....	37
4. BULGULAR	38
4.1 Alüminanın Özellikleri	38
4.1.1 Hammaddenin Tane Boyutu Analiz Sonuçları.....	38
4.1.2 Alüminanın XRD Analiz Sonucu	38
4.2 Pektin Çözeltisinin Reolojik Sonuçları.....	39
4.3 Pektin Kullanılan Alümina Çözeltilerinin Reolojik Analiz Sonuçları.....	42
4.4 Yaş Alümina Bünyelerin Yoğunluk ve Porozite Analiz Sonuçları	43
4.5 Ön-Pişirim Sonrası Su Emme Analiz Sonuçları	45
4.6 Ön-Pişirim Sonrası Küçülme Sonuçları.....	45
4.7 Üç Nokta Eğme Mukavemet Analizi Sonuçları.....	46
4.8 Alümina Bünyelerin SEM Analiz Görüntüleri	50
5.TARTIŞMA ve SONUÇ	65
6.KAYNAKLAR.....	68
ÖZGEÇMİŞ.....	72

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Al ₂ O ₃	Alümina veya alüminyum oksit
CaCl ₂	Kalsiyum klorür
Al	Alüminyum
Al(OH) ₃	Alüminyum hidroksit
TiO ₂	Titanyum dioksit
SiO ₂	Silisyum dioksit
Fe ₂ O ₃	Demir oksit
H ₂ O	Su
µm	Mikrometre
MPa	Megapaskal
α - Al ₂ O ₃	Alfa alümina
γ - Al ₂ O ₃	Gama alümina
((NaPO ₃) ₆)	Sodyum hegzametafosfat
NaOH	Sodyum hidroksit
Ca	Kalsiyum
NaAlO ₂	Sodyum alüminat

Kısaltmalar

A1	%0.5 Pektin ve %0.3 CaCl ₂ içeren numune
A2	%1 Pektin ve %0.3 CaCl ₂ içeren numune
A3	%1.5 Pektin ve %0.3 CaCl ₂ içeren numune
A4	%2 Pektin ve %0.3 CaCl ₂ içeren numune
B1	%1 Pektin ve %0.15 CaCl ₂ içeren numune
B2	%1.5 Pektin ve %0.15 CaCl ₂ içeren numune
B3	%2 Pektin ve %0.15 CaCl ₂ içeren numune
B4	%2.5 Pektin ve %0.15 CaCl ₂ içeren numune
DM	Metilasyon derecesi
HMP	Yüksek metoksi pektin
LMP	Düşük metoksi pektin
MTA	Maden Tetkik Arama Genel Müdürlüğü
S	Standart numune
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopu
XRD	X Işımları Difraktometresi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1 Alüminyum değer zinciri.	4
Şekil 2.2 Temel alümina ürünleri.	4
Şekil 2.3 Yıllara göre dünya boksit üretimi.	11
Şekil 2.4 Bayer Prosesi genel akım şeması.	12
Şekil 2.5 Ülkelere ve yıllara göre dünya alümina üretimi.	12
Şekil 3.1 Deflokulant ve flokulant kullanılan süspansiyonlar.	29
Şekil 3.2 Deneysel çalışmalar şeması.	29
Şekil 4.1 Alümina tozu tane boyut dağılımı.	38
Şekil 4.2 Alümina tozunun XRD faz analizi.	38
Şekil 4.3 %0.5 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl ₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.	39
Şekil 4.4 %1 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl ₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.	40
Şekil 4.5 %1.5 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl ₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.	40
Şekil 4.6 %2 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl ₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.	41
Şekil 4.7 Alümina süspansiyonlarının değişen pektin miktarına göre reolojik analiz sonuçları.	42
Şekil 4.8 İkinci seri yaş numunelerin yığın yoğunluk grafiği.	44
Şekil 4.9 İkinci seri yaş numunelerinin porozite grafiği.	44
Şekil 4.10 Standart ve A1,A2,A3,A4 numunelerinin (Birinci seri) yaş mukavemet grafiği.	47
Şekil 4.11 Standart ve B1, B2, B3 ve B4 numunelerinin (İkinci seri) yaş mukavemet grafiği.	48
Şekil 4.12 Sinterlenmiş S, B1 ,B2 ,B3 ve B4 numunelerinin (İkinci seri) mukavemet grafiği.	49
Şekil 4.13 Standart numuneye ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).	51
Şekil 4.14 Standart numuneye ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	51
Şekil 4.15 A1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).	52

Şekil 4.16 A1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	53
Şekil 4.17 A2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).	53
Şekil 4.18 A2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	54
Şekil 4.19 A3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).	54
Şekil 4.20 A3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	55
Şekil 4.21 A4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).	55
Şekil 4.22 A4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	56
Şekil 4.23 B1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).	57
Şekil 4.24 B1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	57
Şekil 4.25 B2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).	58
Şekil 4.26 B2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	58
Şekil 4.27 B3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (50 kez büyütme).	59
Şekil 4.28 B3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	59
Şekil 4.29 B4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).	60
Şekil 4.30 B4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).	60
Şekil 4.31 Sinterlenmiş standart numuneye ait ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme)	61
Şekil 4.32 Sinterlenmiş B1 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).	62
Şekil 4.33 Sinterlenmiş B1 numunesine ait kenar bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme)	62
Şekil 4.34 Sinterlenmiş B2 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme)	63
Şekil 4.35 Sinterlenmiş B3 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).	63
Şekil 4.36 Sinterlenmiş B3 numunesine ait kenar bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).	64
Şekil 4.37 Sinterlenmiş B4 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).	64
Şekil 4.38 Sinterlenmiş B4 numunesine ait kenar bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).	65

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1 Boksit cevherinin kimyasal bileşimi.	7
Çizelge 2.2 Ülkelerin boksit cevheri rezerv payları.	8
Çizelge 3.1 Reolojik analizde kullanılan kompozisyonlar.	30
Çizelge 3.2 Birinci seri karışım oranları.	32
Çizelge 3.3 İkinci seri karışım oranları.	32
Çizelge 4.1 İkinci seri yaş numunelerin porozite analizi.	43
Çizelge 4.2 % 0.15 CaCl ₂ ilaveli numunelerin pişirim sonrası fiziksel özellikleri.	45
Çizelge 4.3 İkinci seri numunelerinin sinterleme sonrası küçülme yüzdeleri.	46
Çizelge 4.4 Birinci seri (% 0.3 CaCl ₂ kullanılması durumunda) yaş mukavemet.	46
Çizelge 4.5 İkinci seri (% 0.15 CaCl ₂ kullanılması durumunda) yaş mukavemet.	47
Çizelge 4.6 İkinci seri (% 0.5 CaCl ₂ kullanıldığında) sinterlenmiş malzeme mukavemeti	49

RESİMLER DİZİNİ

Sayfa

Resim 2.1 (a) İleri teknoloji seramik malzemeleri (b) Jet motoru	15
Resim 3.1 (a) Taramalı elektron mikroskobu (SEM), (b) Tane boyut analiz cihazı, (c) Reometre, (d) X-ışınları kırınımı cihazı (XRD).....	28
Resim 3.2 (a) Pektin, (b) Jelleşmiş pektin.	30
Resim 3.3 (a) Alümina, (b) Jet değirmeni, (c) Alçı kalıplar, (d) Standart bünyeler. ...	31
Resim 3.4 (a), (b) Birinci seri, (c), (d) İkinci seri.	33
Resim 3.5 (a) Vakumlu etüv, (b) Alümina bünyeler.....	34
Resim 3.6 (a) Alümina bünyeler, (b) Laboratuar tipi elektrikli fırın.	34
Resim 3.7 (a) Bünyelerin kaynatılma işlemi, (b) Arşimet terazisi.....	35
Resim 3.8 (a) Dijital kumpas, (b) Üç nokta eğme mukavemet analiz cihazı.....	37

1.GİRİŞ

Son yıllarda ileri teknoloji ürünü olarak geliştirilen seramiklerin geleneksel seramiklere göre üstün fiziksel ve mekanik özellikleri bulunmaktadır. Üstün fiziksel ve mekanik özelliklere sahip ileri teknoloji malzemesi olan seramik ürünlerin kullanım alanları oldukça geniştir. Yüksek sıcaklıklara, aşınmaya ve korozyona, asit ve bazlara karşı olan direnci, yüksek sertlik özelliği, yüksek dielektrik mukavemeti, hafifliği ve biyouyumluluk gibi birçok özelliği bulunan seramik malzemeler havacılıktan sağlık alanına, laboratuvar malzemelerinden otomotiv sektörüne ve zırh malzemeleri yapımına kadar pek çok kullanım alanına sahiptirler.

Geniş kullanım alanına sahip ileri seramik malzemeler olan alümina seramiklerin karmaşık şekillerde ve gözeneksiz olarak üretimine olanak sağlayan jel döküm yöntemi sık tercih edilen bir yöntem olmakla birlikte döküm işleminde kullanılan polimerlerin çevre ve insan sağlığına zararlı olması nedeniyle çevre dostu biyopolimerler olan polisakkaritlerin kullanımı giderek önem kazanmaktadır. Bu çalışmada, daha önce alümina jel döküm işleminde kullanılmamış bir polisakkarit olan pektin maddesinin alümina jel dökümünde kullanılabilirliği araştırılmıştır. Bu tez çalışmasında, gıda katkı maddesi olarak kullanılan düşük metoksi pektinin alümina jel döküm işleminde kullanımı araştırılmıştır. Pektin çeşitli endüstriyel meyve ve bitki atıklarından elde edilebilen, doğada ve ülkemizde oldukça bol bulunan bir polisakkarittir.

Bu çalışmada farklı oranlarda pektin ve jelleştirici ajan CaCl_2 kullanımının alümina jel dökümü üzerine etkilerini araştırmak üzere iki farklı seri halinde reçeteler tasarlanmıştır. Birinci seride kütlece % 0.5-2 aralığında değişen oranlarda pektin ve kütlece%0.3 CaCl_2 kullanılarak jel döküm işlemi yapılmıştır. İkinci seride ise kütlece% 1-2.5 aralığında değişen oranlarda pektin ve kütlece% 0.15 oranında CaCl_2 kullanılmıştır. Jel döküm işlemi gözeneksiz silikon kalıplarda gerçekleştirilmiştir. Standart numune ise jelleştirici kullanılmaksızın alçı kalıp içerisinde şekillendirilmiştir. Üretilen bünyelerin fiziksel ve mekanik özellikleri test edilerek karşılaştırılmıştır.

Döküm sonrasında kurutulmuş numunelere üç nokta eğme mukavemet analizleri mukavemet cihazı kullanılarak, mikroyapı analizleri taramalı elektron mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiş ve değerlendirmeler yapılmıştır. Ayrıca, seçilen yaş numunelerin porozite analizleri civa porozimetresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kurutulmuş numuneler 1500 °C'de sinterlenmiş ve sinterlenme sonrası numunelerde küçülme oranları hesaplanarak yine üç nokta eğme mukavemet testleri ve mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. Arşimet terazisi kullanılarak su emme, bulk yoğunluk, porozite tayinleri yapılmıştır.

Yapılan birinci çalışmada jel döküm işlemi gerçekleştirilemediğinden üç nokta eğme mukavemet ve mikroyapı analiz sonuçları incelendiğinde, standart numunenin mukavemet sonucu 11.97 MPa iken diğer numunelerin en yüksek sonucu A1 numunesine ait olup 2.81 MPa'dır ve oldukça düşüktür. Mikroyapı analizleri incelendiğinde standart malzemeye göre oldukça gözenekli oldukları gözlenmiştir.

Yapılan ikinci çalışmada jel döküm işleminin gerçekleşmesi sonucunda yaş numunelere yapılan mukavemet ve mikroyapı analiz sonuçları incelendiğinde B2 numunesinin mukavemet analiz sonucunun 8.61 MPa olup standart numuneye yakın olduğu ve gözenekliliğin ise birinci serideki numunelere göre daha az olduğu gözlenmiştir.

İkinci çalışma numunelerinin sinterlenmesi durumunda yapılan üç nokta eğme mukavemet test sonuçlarının standart numuneden düşük ancak yakın olduğu gözlenmiştir. Burada standart numunenin üç nokta eğme mukavemet sonucu 118.29 MPa%1 pektin içeren B1 numunesinin sonucu ise 158.83 MPa olup daha yüksek çıkmıştır. Yapılan mikroyapı, yığın yoğunluk ve porozite sonuçları incelendiğinde B1 numunesinin gerek standart ve gerekse diğer numunelerle kıyaslanması durumunda yığın yoğunluğunun 2.56 ile daha yüksek, açık porozite sonucunun ise 33.95 ile daha düşük olduğu ve mikroyapı analiz sonucunda gözenekliliğinin diğer numunelere göre çok daha az olduğu gözlenmiştir.

2.LİTERATÜR BİLGİLERİ

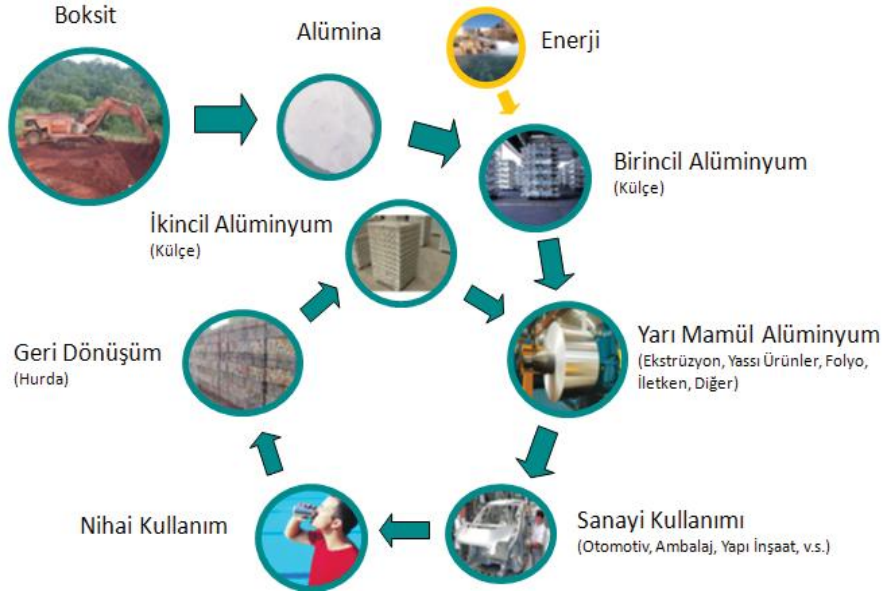
2.1 Alümina

2.1.1 Alümina Tanımı ve Özellikleri

Alüminyum (Al) modern dünyanın en gerekli olan metalleri arasında yer alır(Erdemoğlu *et al.* 2018). Tabiatta, alüminyum %8 oranıyla en çok bulunan metallere biri olarak bilinir ve endüstride demirden sonra en geniş kullanım alanı olan metaldir. Oksijen ve silisyumdan sonra yeryüzünde en çok bulunan üçüncü elementtir (Özgün 2012). Alüminyum, oksijenle kolaylıkla bileşik oluşturabildiği için yeryüzünde her zaman oksitler halinde bulunur ve oksitli bileşikler şeklinde pek çok mineralin yapısında, kil ve boksitte yer alır (Hacıoğlu 2007). Alüminyum üretimi, alümina üretimine bağlıdır ve alümina üretimi de boksit cevherinden üretilmektedir(Özgün 2012). Yalnızca boksit cevherinin üretilmesi için uygun olan Bayer prosesinde alüminyum ve alümina üretimi yıllarca başarılı bir şekilde yapılmıştır(Erdemoğlu *et al.* 2018).

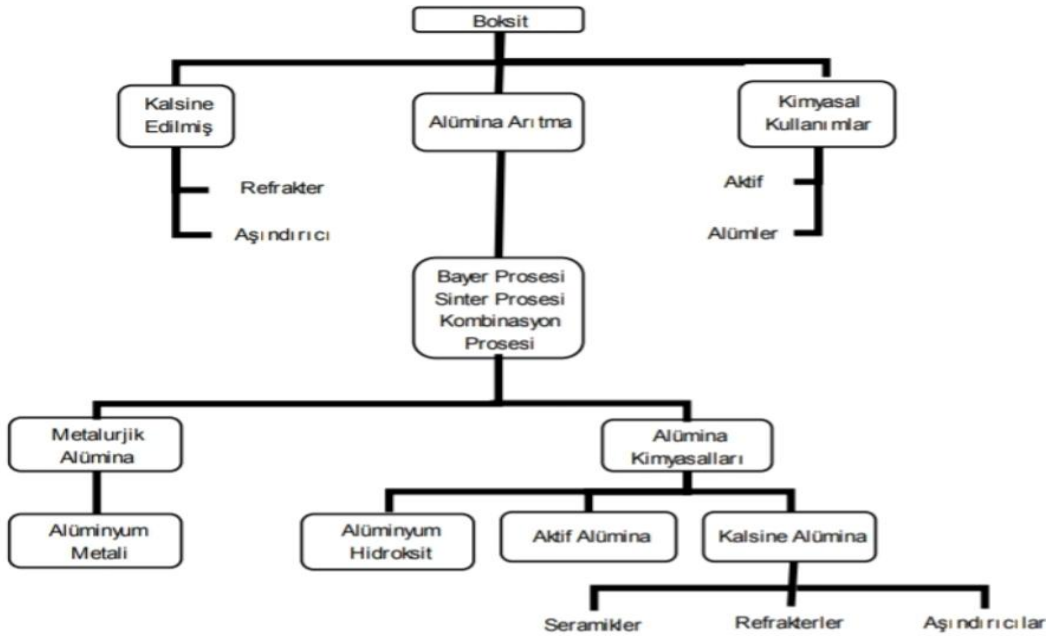
Dünyada alümina üretiminin%90'dan fazlası kaliteli boksit cevherlerinden Bayer metodu kullanılarak üretilir(Şahin 1999). Alümina (Al_2O_3), yeryüzünün %25'inde bulunan alümina, boksit mineralinin işlenmesi ile üretilir (Terzier 2011). Alüminanın büyük bir bölümü ise alüminyum üretmek için kullanılmaktadır(Girgin 1984). Bayer metodu sonucunda elde edilen alümina, boksit cevherinden gelen SiO_2 , Fe_2O_3 ve kostik soda ile olan işlemler sebebiyle NaO_2 safsızlıkları içermektedir (Terzier 2011). Bayer metodu kullanılarak üretilen alüminanın hemen hemen %93'ü alüminyum üretiminde, geri kalan kısmı ise kalsine ve özel alümina üretiminde kullanılmaktadır (İnt.Kyn.1).

Doğada korund adında kristal olarak da bulunan alümina sentetik olarak üretilip alüminyum oksit olarak da isimlendirilmektedir. Endüstride çeşitli işlemlerden geçerek üretilen alüminadan(Özgün 2012)birincil alüminyum, hurdadan ise ikincil alüminyum üretilmektedir (İnt.Kyn.2).Boksit cevherinden alüminyumun üretilmesinden nihai ürünlerin oluşturulmasına kadar alüminyum değer zinciri Şekil 2.1'de verilmiştir (İnt.Kyn.3).



Şekil 2.1 Alüminyum değer zinciri (İnt.Kyn.3).

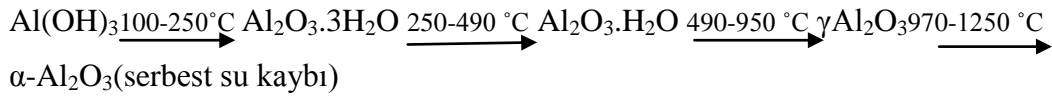
Alüminyum üretimi dışında kullanılan alüminyum hidroksit ve alümina ürünlerine özel alümina denilmektedir. Alüminyum üretimi için kullanılan boksit cevheri arıtdıktan ve sinterleme ve kombinasyon işleminden sonra alümina kimyasalları olarak bilinen aktif alümina, kalsine alümina ve alüminyum hidroksit üretilmektedir. Boksitten elde edilen alümina ürünleri Şekil 2.2’de gösterilmektedir (İnt.Kyn.1).



Şekil 2.2 Temel alümina ürünleri (İnt.Kyn.1).

İlk özel alümina, kalsine alümina olarak Alcoa şirketi tarafından aşındırıcı elde etmek için kullanılmıştır. Bundan sonra dünyanın pek çok yerinde alümina ürünleri üretimi ve kullanım alanları oluşturulmuştur. Kalsine alümina kimyasal olarak üçe ayrılırlar. Birincisi soda oranı %0.1'den fazla, alümina oranı %99 ile 99.5 arasında olan normal sodalı alümina; ikincisi düşük sodalı olarak adlandırılan soda oranı %0.1'den az, alümina oranı %99.7 olan; üçüncüsü minimum alümina oranı %99.9 olan yüksek saflığa sahip alüminallerdir. Yüksek saflığı olan alüminaller hariç diğer kalsine alüminallerin üretimi, Bayer metodu ile boksit cevherinin arıtılıp alüminyum hidroksit üretilmesiyle ve üretilen alüminyum hidroksite ısı işlem uygulanmasıyla olur. Yüksek saflığa sahip alümina alüminyum içerikli tuzların sabit kalsine edicilerde veya döner fırınlarda kalsinasyonu ile üretilirler(İnt.Kyn.1).

Kalsinasyonun amacı Bayer metodu ile üretilen alüminyum hidroksitin bünyesinde bulunan kimyasal ve fiziksel suyun döner fırınlar kullanılarak ayrıştırılmasıdır (Okudan 2014).Daha sonra alüminyum hidroksiti α -alüminaya dönüştürmektir (İnt.Kyn.1).Alüminyum hidroksitin ($\text{Al}(\text{OH})_3$) değişimi denklemde verilmiştir (Okudan 2014).



Kalsinasyonun bir diğer amacı ise farklı kimyası ve kristal boyutları olan kalsine alümina üretmektir. Bu iki amaca ulaşmak proses değişkenlerinden olan sıcaklık, atmosfer, zaman, empüriteler ve mineralleştirmek için ilave edilen bileşiklerin ayarlanması ile mümkün olmaktadır.

Kalsine alümina elde edilmesi aşamasında alüminyum hidroksit bünyesindeki soda oranı α -alümina oluşum sıcaklığını etkilemektedir. α -alümina katkı maddesi olmadan 1200°C 'de genelde $1\mu\text{m}$ 'den düşük boyuttaki kristallerden oluşur. Daha yüksek sıcaklıklarda ise (>1500) kristaller büyür ve α -alümina boyutları da $2-3\mu\text{m}$ arasında olur. Düşük sıcaklıkta, kristal yapısı daha büyük α -alümina üretmek için katkı maddeleri eklenir ve bunlar mineralleştirici olarak adlandırılır. Bunlar bor asitleri ya da

tuzlar, klorin ya da florinler gibi kimyasallardır. Bu mineraller kalsine proseslerine ilave edildiklerinde, 10-20 µm boyutlarında hegzagonal yapıya sahip plakaya benzeyen α-alümina kristalleri üretilebilmektedir.

Yüksek saflıktaki alüminalar da alüminyum hidroksitten üretilir. Bunun için bir çok proses kullanılmaktadır. Genelde alüminyumun yüksek saflıkta olan formlarından ve kristal yapılu alüminyum tuzlarından üretilir (İnt.Kyn.1).

Dış görünüş olarak beyaz bir toz olan alümina, oksijen iyonlarının alüminyum iyonları tarafından hegzagonal olarak sarılması ile kristal yapıda oluşur. Kaynama noktası 2080 °C ve erime sıcaklığı 2050 °C olan alümina yüksek sıcaklıklara dayanabilen bir malzemedir. Molekül ağırlığı 101.96 g/mol, oluşum serbest enerjisi ise -1582.4 kJ/mol, reaktif indeksi ise 1.765'tir. İyi kalsine olmuş alümina suda ve mineral asit ve bazlarda çözünmezler. Redükleyici ve oksitleyici ortamda 1900 °C'ye kadar kullanılabilir ve 1700-1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda flor gazı dışındaki gazlara karşı direnç gösterir.

Alüminanın bazı özellikleri şu şekildedir.

- Termal şok direnci
- Yüksek sertlik
- Yüksek sıcaklıklarda refrakterlik
- Yüksek basma mukavemeti
- Abrasif aşınmaya direnç
- Biyouyumluluk
- Kolay hammadde üretimi
- Çok geniş bir aralıktaki direnç (hatta yüksek sıcaklıklarda)
- Yüksek dielektrik mukavemeti
- Yüksek sıcaklıklarda yüksek elektriksel direnci
- Mikrodalga radyo frekanslarını geçirgenliği (Yürüyen 2011).

Alümina, seramik malzemesi olarak bilinir ve bazı safsızlıklar bulduran alüminaya ise zımpara taşı denmektedir. Düşük sıcaklıklarda farklı yapıda ve formda bulunan

alümina sıcaklık 750-1200 °C arasında iken α -alümina formuna dönüşür ve ticari kullanım alanına sahip olan alümina çeşidi de α -alüminadır.

Alümina üretim yöntemlerini; Avrupa ve Amerikan Bayer yöntemi, elektrotermik, alkali ve asidik yöntemler, kavurma ve indirgeme yöntemleri ve bayer yöntemi olarak sıralayabiliriz. Ancak dünyada hala ticari alümina üretiminin çoğu Bayer prosesi ile gerçekleştirilmektedir (Terzier 2011).

2.1.2 Boksit ve Mineralleri

Boksit cevheri alüminanın hammaddesidir ve alümina üretmek için Bayer metodu kullanılmaktadır (Erdemoğlu *et al.* 2018). İsmi Fransa'nın Le Baux kasabasında bulunan maden yataklarından alan boksit cevheri (Özgün 2012). 1821 yılında M. Pierre Berthier tarafından bulunmuştur (İnt. Kyn. 1). Dünyada farklı minerallere sahip olan ve bol bulunan alüminyumun hammaddesi olan boksit cevherinin temel bileşenleri $Al_2O_3 \cdot 2H_2O$ ya da $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ olarak gösterilir ve boksit bünyesinde alüminyum oksitten başka demir, titanyum ve silisyum oksitler de vardır. Boksit cevherinin kimyasal bileşimi Çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1 Boksit cevherinin kimyasal bileşimi.

Bileşen	Miktar (%)
Al_2O_3	38-65
TiO_2	0.5-8
SiO_2	0.5-12
Fe_2O_3	3-30
H_2O	10-34

Boksit cevherinin kimyasal bileşimi her birinde farklı olup çıkarıldıkları yere göre değişiklik göstermektedir. Boksit cevheri bünyesinde bulunan farklı minerallerden dolayı farklı renklindedir. Örneğe verecek olursak bünyesinde demir bulunduran boksit cevheri kırmızımsı renkte olmaktadır. Ergime sıcaklığı 2093 K civarında olup özgül ağırlığı $2.5 - 3.5 \text{ g/cm}^3$ ve sertliği 1 - 4 mohs'tur (Özgün 2012). Boksit yeryüzünün kazılması ile elde edilir ve açık ocak işletmeciliği ile yeraltı madencilik sistemleri

kullanılarak üretilir (Kalkınma Planı-8.Beş Yıllık 2001). Üretilen boksit cevherinden 4.5 ton kullanılarak 2 ton alümina, bundan da 1ton alüminyum üretilmektedir (Günay 2006).

Alümina ve hidratları ise beyaz renktedir. Boksit minerolojik bileşimlerine göre üçe ayrılır.

Gibsitik ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) Boksitler

Böhmitik ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) Boksitler

Diasporitik ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) Boksitler(İnt.Kyn.2).

Farklı bölgelerde bulunan boksitler karşılaştırıldığında aralarında büyük farklar bulunmaktadır (Şahin 1999). Dünyada farklı tiplerde boksit rezervi olan bazı ülkelerin rezerv miktarları ve toplam rezerv miktarına oranları aşağıdaki çizelge 2.2’de verilmiştir (İnt.Kyn.5).

Çizelge 2.2 Ülkelerin boksit cevheri rezerv payları.

Ülke	Boksit Tipi	Rezerv (yüz milyon ton)	Dünya toplam rezervi içindeki payı (%)
Avustralya	Gibsit,böhmit	87	26.37
Gine	Gibsit	86	26.06
Brezilya	Gibsit	29	8.79
Jamaika	Gibsit	25	7.58
Çin	Diasporit	23	6.97
Hindistan	Gibbsit	14	4.25

2.1.2.1 Gibsit

Alüminyum içeriği zengin olan mineraller olan feldispat, nefelin ve korund gibi minerallerin bozunmasıyla oluşan gibsit olarak da adlandırılan gibsitik boksit, formül olarak ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) ya da $\gamma - Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ diye adlandırılan, hegzagonal ve kristal yapıda olan $\gamma -$ alümina trihidrattır.

Özgül ağırlığı $2.3 - 3.4 \text{ g/cm}^3$ olup sertliği $2.5-3.5$ mohs arasında olan boksit cevher çeşididir. Gibsitik boksit ısıtıldığında kademeli olarak içeriğinde bulunan kristal suyu bünyesinden uzaklaştırılmaktadır. Bünyesinde üç mol olan suyun iki molü $583-603 \text{ K}$ sıcaklık aralıklarında bir reaksiyonla, $803-823 \text{ K}$ aralığında ise kalan bir mol suyun büyük kısmı farklı bir reaksiyonla uzaklaştırılmaktadır. Kalan kristal suyu bir molden çok daha azdır ve 873 K sıcaklıktan sonra geniş zaman ve sıcaklık aralıklarında uzaklaştırılmaktadır. Sıcaklık arttıkça gibsitin dehidrasyon ürünleri de farklılık göstermektedir. Sıcaklık 603K olduğunda böhmit ve γ - alümina karışımı, 823 K olduğunda büyük oranda γ - alümina, 1203 K 'ni geçtiğinde α - alümina elde edilmektedir. Gibsitik boksitin kristal suyunun uzaklaştırılmasından dolayı özgül yüzey alanı artmıştır ve kullanım alanı yaygınlaşmıştır (Özgün 2012).

2.1.2.2 Böhmit

Doğada genel anlamda demir mineralleri ile birlikte bulunan böhmit ortorombik kristal yapıdadır. Demir mineralinden dolayı değişen kahve renklerinde bulunmaktadır. Sertliği $3.5 - 5.0$ mohs, özgül ağırlığı $3.0 - 3.2 \text{ g/cm}^3$ olan böhmit, bileşimi γ - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ şekilde bir γ - alümina monohidrat'tır.

Doğada mineral olarak da bulunan böhmit, gibsitin dehidrasyonu ile de üretilmektedir. Gibsitik boksitin 603 K üzerinde dehidrasyonu ile böhmitik boksite dönüşümüne benzer özelliktedir. $803 - 823 \text{ K}$ 'de yukarıdaki Çizelge 2.3' de görüldüğü gibi ikinci reaksiyon gerçekleşmektedir ve suyun büyük bir bölümü uzaklaştırılmaktadır. Gibsitte olduğu gibi daha yüksek ve geniş sıcaklık aralıklarında çok az kalmış olan kristal suyu uzaklaştırılmaktadır. Yine gibsitte olduğu gibi 1203K sıcaklık üzerinde α - Al_2O_3 oluşmaktadır (Özgün 2012).

2.1.2.3 Diasporit

Kimyasal yapı olarak böhmite benzer yapıdadır fakat; kristal yapı olarak farklılık göstermektedirler. Diasporit, ortorombik kristallerden oluşan α -alümina monohidrat (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) yapısındadır. Böhmitin hafif metamorfizma vedyajenez ile değişmesi sonucu oluşmuştur. Diasporitin sertlik değeri $6.5 - 7.0$ mohs olup diğerlerine göre çok yüksektir.

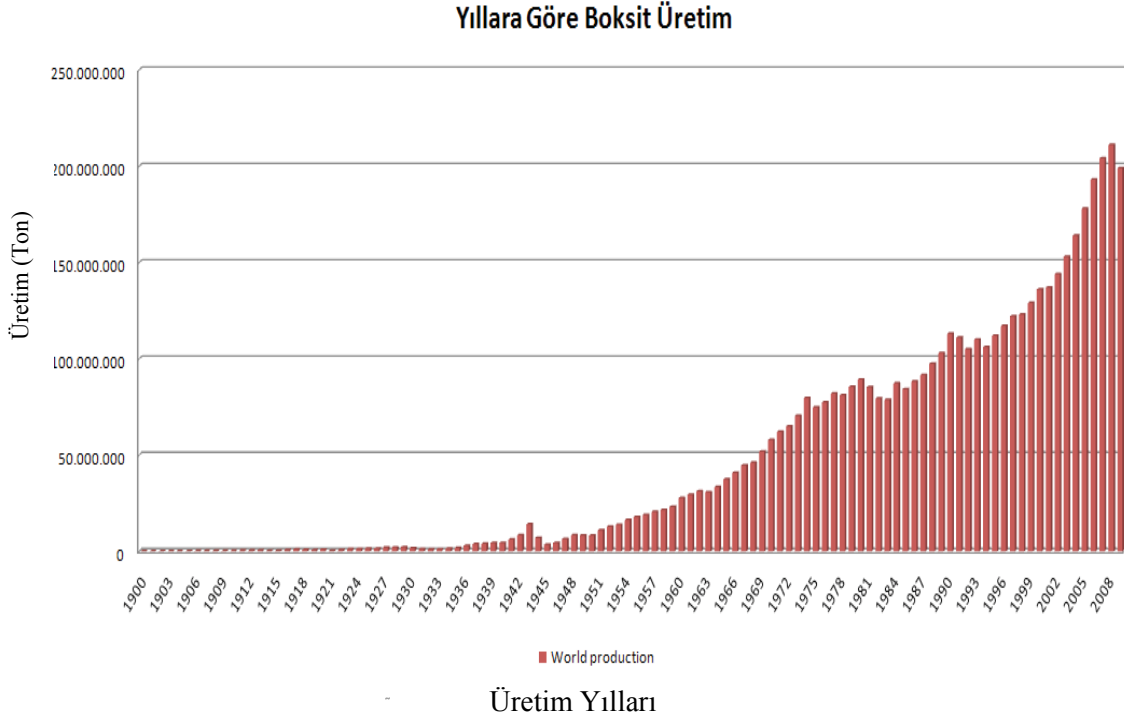
Diasporit zımpara ve korundla beraber granüler kil taşları ve dolomit ya da kristal sistlerin içerisinde bulunmaktadır. Diasporitik boksitler 803–823 K aralığında bir sıcaklıkta kalsine edildiklerinde böhmittekine benzer şekilde kristal suyu uzaklaştırır ve boksitte büyük bir ağırlık azalması olur. Sıcaklık yükseldikçe boksitte bulunan çok aza miktardaki kristal suyu yavaş yavaş uzaklaştırır. 823 K sıcaklıktan sonra boksit α - Al_2O_3 halini alır ve diğerlerinde olduğu gibi yüzey alanı artar.

Boksit gipsit, diasporit ve böhmit dışında bazı oksitler bulundurmaktadır. Demir, kalsiyum ve silisyum oksit, titanyum dioksit yanında kükürt, fosfor, çinko, nikel gibi safsızlıklar da barındırmaktadır (Özgün 2012).

Türkiye’de bulunan boksit rezervi dünyada bulunan toplam rezervin 1.8’ini oluşturmakta ve MTA’ nın açıklamasına göre 68.91 milyon ton boksit rezervi bulunmaktadır. 2010 yılında dünya boksit rezervi 38 milyar ton’ durve o yılda dünyadaki boksit üretimi 214 milyon ton olmuştur (İnt.Kyn.3).

Boksit kaynağı olmayan ülkeler ithal boksitle alümina ve alüminyum ihtiyacını karşılamaktadırlar. Bu konuyla ilgili ilginç durumlarla karşılaşmaktadır. Hiç boksit cevheri olmamasına rağmen alüminyum üretiminde önde gelen ülkeler vardır. Örnek olarak Kanada, tamamen ithal hammaddeye dayalı alümina elde etmektedir.

Boksit cevherinin sınırlı olması veya bazı bölgelerde olmaması, boksit dışı kaynaklardan alümina üretimi için bilimsel çalışma yapılmasına neden olmuştur. Bunun için doğada yaygın olarak bulunan, yüksek alüminyum oranına sahip olan ve diğer kaynaklara göre üretim yöntemleri daha ucuz ve kolay olan kil minerali en uygun alümina hammaddesi olarak görülmektedir. Bunun dışında alunit, nefelin, siyenit gibi malzemelerde hammadde kaynağı olarak bilinmektedir (Erdemoğlu *et al.* 2018).



Şekil 2.3 Yıllara göre dünya boksit üretimi (İnt. Kyn.3).

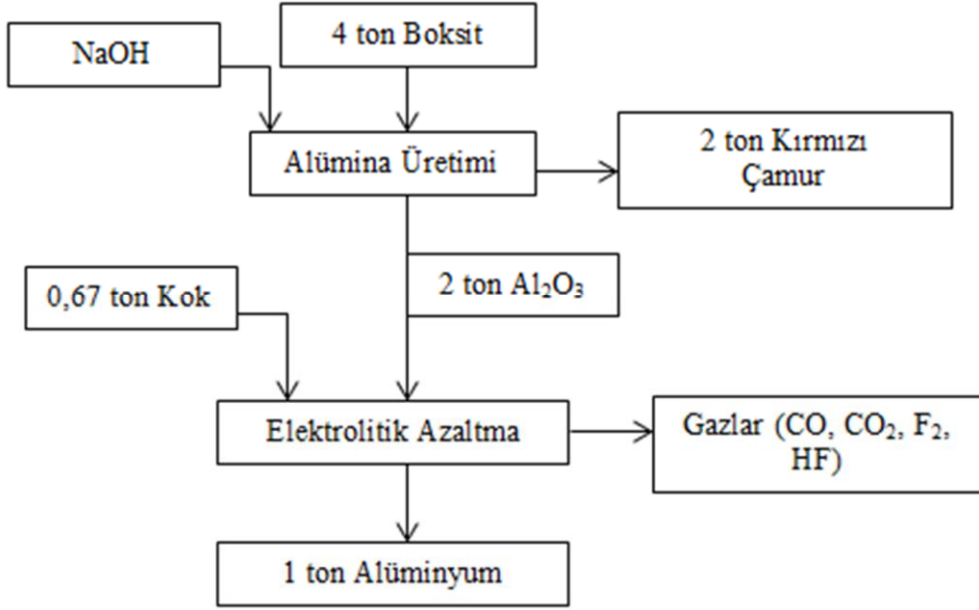
2.1.3 Bayer Prosesi

Bayer prosesi 19. yüzyılın sonlarında geliştirilmiş bir yöntemdir. Bu yöntemi, saf alümina (Al_2O_3) üretmek için Karl Josef Bayer geliştirmiştir ve Bayer prosesi adıyla günümüze kadar neredeyse hiç değişmeden gelmiştir.

Önceleri tekstil alanında kullanılmak için geliştirilen Bayer prosesi boyanan pamuk ipliklerinin rengini sabitleştirmek için kullanılmıştır (Okudan 2014). Bayer prosesinde istenilen boyutlarda kırılan boksit cevheri değirmende öğütülerek ham pulp oluşturulur. Bu karışım yüksek basınç ve sıcaklıkta NaOH ile reaksiyona sokularak sodyum alüminat ($NaAlO_2$) çözelti şeklinde silis, demir, titanyum gibi safsızlıkların olduğu sıvı faza alınır ve daha sonra çöken atıklar kırmızı çamur olarak adlandırılır.

Bu atıklardan tamamen arındırılan $NaAlO_2$ başka tanka gönderilir ve burada alüminyum hidroksit ($Al(OH)_3$) kristali olarak çöktürülür. Bu çöktürülenin fırınlarda kalsine edilerek $1100-1200^\circ C$ 'de suyu uzaklaştırılır. Bu işlem sonunda alümina elde edilir (Terzier 2011).

Bayer prosesinin genel akım şeması Şekil 2.4.' de gösterilmektedir.



Şekil 2.4 Bayer Prosesi genel akım şeması (Okudan 2014).

2.1.4 Dünyada ve Türkiye’de Alümina

Türkiye’de boksit cevheri 1938’den önce bilinmiyordu. MTA 1938 senesinde Antalya’nın Akseki bölgesinden numuneler alıp incelemiştir ve 1962-1965yılları arasında sondaj çalışmaları yapmıştır. Türkiye’de 60 milyon ton boksit rezervi tespit edilmiştir. Bu çalışmaların sonucunda böhmitik tipte olan Konya Seydişehir boksitlerinin yeterli rezerve sahip olduğu görülmüş ve bu bölgede birincil alüminyum üretebilmek için tesisler kurulabileceği düşünülmüştür (Yürüyen 2011). Ülkemizde Seydişehir-Akseki bölgesini yanında Yalvaç-Sarkikaraağaç, Zonguldak-Kokaksu, Muğla-Milas-Yatağan, Alanya, Bolkardağı, Tufanbeyli-Saimbeyli bölgeleri de bulunmaktadır (Günay 2006).

Alüminyum oksite alümina adı 1876’da De Mervea tarafından verilmiştir. Daha önceleri Romalılar büzücü ve kan durdurucu maddelere alümen adını vermişlerdir. Bu kelime ingilizceye alumina olarak geçmiştir ve halen bu şekilde kullanılmaktadır.

İlk 1888’de Fransız Herault ve Amerikan Hall’in geliştirdikleri yöntemle birincil alüminyum üretimi gerçekleştirilmiştir. Endüstriyel alümina üretiminin çoğunda halen

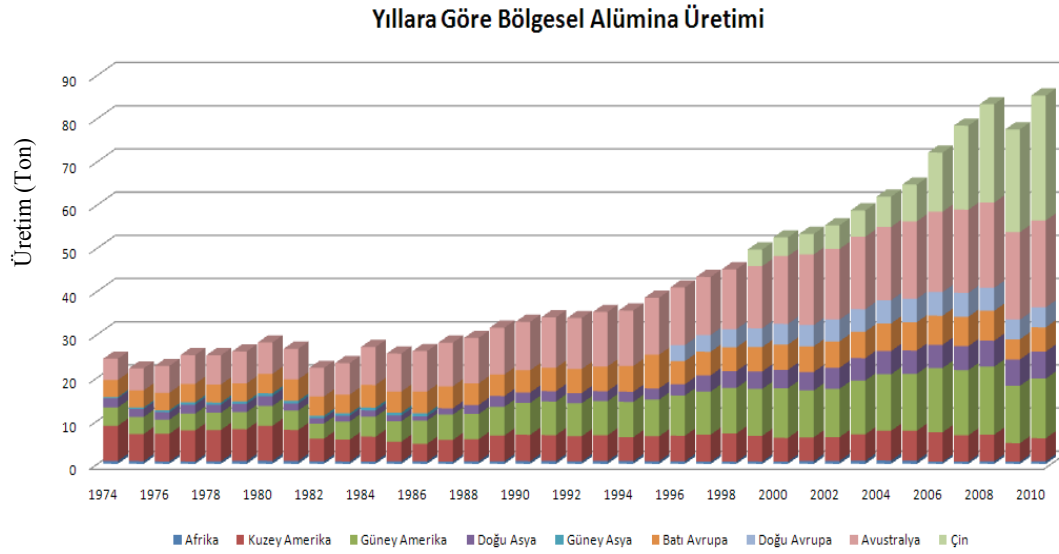
bu yöntem kullanılmaktadır ve bu kriyolit alümina ($\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-AlO}_3$) elektrolizine dayanmaktadır. Son 25 yılda alüminyum kullanımı yaygınlaşmıştır. Alüminyum alaşımlarının dayanıklılığı ve bu dayanıklılığın alüminyumun ağırlığına oranla daha fazla olması en önemli özelliğidir. Boksit cevherinin çok olduğu ülkeler Jamaika, Avusturya, Brezilya, Gine olarak bilinmektedir.

Son yıllarda Bayer metodundan faydalanarak üretim yapan endüstriyel işletme sayısı artmıştır. Dünyada hemen hemen 40 ülkede kurulmuş olan alümina tesislerinde Bayer metodu ile üretilen alüminadan alüminyum üretmek için Hall-Herault elektroliz metodu kullanılmaktadır ve daha kaliteli ve ucuz olan alüminyum üretimi yapılmaktadır.

Türkiye’de alüminyum tüketimi diğer ülkelere göre daha düşüktür. Kişi başına Avrupa’da 13kg, Amerika’da 27 kg olan alüminyum tüketimi ülkemizde 3 kg’dır. Boksit cevheri üretimi açık ocak işletmeciliği ile yapılmaktadır. Latin Amerika ve Avustralya en büyük boksit üreticisi olarak bilinmektedir(Yürüyen 2011).

Alümina genelde boksit cevherinin çıkarıldığı yerler ve yakın çevrelerinde elde edilmektedir. Belli yerlerde çıkarılan boksitin hemen hemen üçte biri üretilen alüminanın ise yarısına yakını dünya ihtiyacını karşılamaktadır. Batı Avrupa ve Kuzey Amerika gibi alüminyum üreticisi olan ancak boksit bulunmayan ülkelere gönderilmektedir. Ancak bu durum da maliyetinin artmasına neden olmaktadır. Alümina üretiminin yapıldığı bazı ülkeler ise Avustralya, Guyana, Brezilya, Venezuela ve Surinam’dır (İnt. Kyn.4).

Dünyada alümina üretimi 2010 senesinde 82.000.000 ton’dur. Aynı yıl Çin 29.000.000 ton alümina üretmiştir ve alümina üreten ülkeler arasında birinci konumda yer almıştır. 20.700.000 ton ile Avustralya, 17.300.000 ton ile Güney Amerika, Çin’den sonra alümina üretiminde ikinci ve üçüncü sırada yer almaktadırlar. Dünyadaki toplam alümina üretiminin %72’sini bu üç ülke yapmaktadır (İnt.Kyn.3). 2015 yılına gelindiğinde dünya alümina üretimi 115.247.000 ton olmuştur(Erdemoğlu *et al.* 2018).



Şekil 2.5 Ülkelere ve yıllara göre dünya alümina üretimi (İnt. Kyn.3).

2.1.5 Alümina Bazlı Seramikler ve Kullanım Alanları

Alüminyum metali üretmek için sentetik olarak üretilen alümina; refrakter, pigment, seramik eldesinde, kimyasal katkı maddesi ve katalizör gibi malzemelerin üretiminde ve pek çok alanda kullanılmaktadır (Özgün 2012). Alüminyum üretmek için alüminanın %90'dan çoğu kullanılmaktadır. Düşük yoğunluk, korozyona karşı dayanımı, yüksek sertlik ve yüksek sıcaklığa karşı direnci alümina tüketiminin yaygınlaşmasına sebep olmaktadır (Yürüyen 2011). Bunun yanında kaplama ve ileri seramikler gibi bir çok mühendislik alanında kullanıldığı için en kullanışlı oksit seramiklerindedir. Bunun nedeni alüminanın sert olması, bazlara ve asitlere karşı dirençli olması, çok yüksek sıcaklık uygulamalarına izin vermesi gibi mükemmel özelliklere sahip olmasındandır.

Alüminanın inert bir malzeme olması, oda sıcaklığında sıradan kimyasallarla reaksiyona girmemesi gibi özelliklerindedir. Bu özellikler alüminayı havacılıktan tıbbi implantlara ve sağlık hizmetlerine kadar çeşitli uygulamalar için akıllı bir malzeme haline getirmektedir (Saini *et al.*2013). Alümina seramiklerin ticari olarak kullanımı ve üretimi 20. yüzyılın başlarında olmuştur. Son yıllarda ise yüksek sıcaklıklara dayanıklı toklaştırılmış alüminalar üretilmektedir. Alümina ticari anlamda ilk olarak laboratuvar malzemeleri ve buji yapımında kullanılmıştır (İnt.Kyn.7). Alüminalar yüksek saflık

derecesine sahiptirler. Aşınmaya karşı yüksek dirençli olan alümina, mekanik dayanımı ve sert oluşundan dolayı tekstil endüstrisinde kullanılan kesici takımlarında ve öğütücü olarak kullanılan değirmenlerin bilyelerinin üretimi için kullanılmaktadır. Üstün özelliklerinden dolayı otomobil soğutma sistemlerinde, roket motorlarında, ısıtma sistemlerinin sirkülasyon pompalarında ve zırh malzemesi olarak da kullanım alanı bulunmaktadır.



Resim 2.1 (a) İleri teknoloji seramik malzemeleri, (b) Jet motoru (İnt.Kyn.6).

Askeri uygulamalarda bazı yüzeylerin balistik dayanımını arttırmak için alümina seramik plakalar kullanılır. Yoğun ve poroz ürünler elde edilen alüminanın ergitilmesi ile poroz ürün elde edilir. Poroz alümina daha saftır ve saf olan alümina bazı cihazlarda tam anlamıyla saydam bir malzeme olarak kullanılmaktadır. Bu özelliğinden dolayı biyomalzeme olarak diş ve eklem protezlerinde kullanılmaktadır (Yürüyen 2011). Bir çok alan için ideal bir malzeme olan alümina seramiklerin, otomotiv endüstrisinde, katalitik yüzeylerde, elektronik yüzeylerde, çeşitli mekanik aşınma parçalarında ve bujilerde uygulama alanları vardır. Otomobiller; valf plakaları, oksijen sensörleri gibi parçalar, elektronik yüzeyler ve göstergeler, katalitik konvertörler, filtreler gibi pek çok malzeme bir dizi seramik içerir (İnt. Kyn.8).

Alümina, alüminyum hidroksitlerin Bayer prosesinde kristal suyunun uzaklaştırılması için uygulanan kalsinasyon işlemleri için bir çok ara fazdan sonra alfa ve gama olarak, kristal ve kararlı bir yapıya sahip iki farklı forma ulaşır. Sıkı hegzagonal sistem ve kristal yapıya sahip olan alfa alüminanın ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) ergime sıcaklığı $2053\text{ }^\circ\text{C}$ dir.

(Yürüyen 2011). Pek çok çeşit alümina olmasına rağmen α -Al₂O₃ ticari kullanım alanına sahiptir. Alümina seramik özellikleri içerdikleri alümina oranı artıkça iyileşir. Seramiklere alümina katkı yapılmasını nedenleri şu şekildedir;

- Üretim koşullarına karşı parça boyut toleransını arttırarak üretimi kolaylaştırmak,
- Sinterleme sıcaklığını düşürmek,
- Ucuz ve düşük saflıkta alümina kullanmak,
- Preslemede şekillendirme reolojisini kolaylaştırmak,
- Son parça özelliklerini iyileştirmektir.

Alüminyum üretmekte olan Seydişehir tesislerinde elek altı diye biline alümina alfa yapısına dönüşmediğinden ve Na oranı yüksek olduğundan seramik üretimi için kullanılmamaktadır (Yürüyen 2011).

Alüminanın mekanik uygulamalarında %0.5 'e kadar Na₂O içeriğine izin verilmektedir. Na₂O içeriğinin fazla olması endüstriyel kullanım için kısıtlayıcı bir faktördür (Anand 2014).

İleri teknoloji seramikler, metallerde olduğu gibi değişik yöntemlerle şekillendirilirler. Öncelikle reaksiyon yüzeyini arttırarak sinterlemeyi kolaylaştırdığı için çok ince olan seramik tozları tercih edilmektedir. Bunun yanında mukavemeti ve plastisiteyi arttırmak, sinterlemeyi kolaylaştırmak için bağlayıcı olarak reçineler, inorganik (kil vb.) ve organik (poli vinil alkol vb.)malzemeler kullanılmaktadır.Flokülasyonu önlemek içinse deflokülanlar kullanılmaktadır.Bağlayıcılar seramik malzemeye sağlamlık kazandırarak şekillendirmenin kolaylaşması ve sinterleme işlemleri sırasında malzemenin bozulmamasını sağlar. Bunlardan inorganik bağlayıcılar seramik yapısında kalırken organik bağlayıcılar yanarak malzemedan uzaklaşır.

Seramik malzemelerin şekillendirilmesinde kullanılan yöntemler şu şekildedir;

- Kuru presleme
- Sıcak izostatik presleme
- Yarı yaş şekillendirme

- El tornasında çevirme
- Presleme
- Yarı otomatik tornalar
- Soğuk izostatik presleme
- Enjeksiyon
- Yaş şekillendirme (slip döküm)
- Serbest şekillendirme
- Deri sertliğinde şekillendirme
- Ekstrüzyon
- Otomatik tornalar
- Plazma sprey teknolojisiyle ile şekillendirme
- Şerit Döküm (Çalışkan 2016).

Döküm yöntemlerinden biri olan slip döküm metallerin şekillendirilmesinde kullanılan bir döküm yöntemidir, fakat teknolojinin gelişmesi ile birlikte seramiklerin şekillendirilmesinde de kullanılmaktadır (Omatete *et al.* 1996). Çünkü nispeten yüksek yoğunluklu ve düşük maliyetli seramik malzemeler üretilebilir. Bu döküm yönteminde kullanılan bağlayıcı maddeler besleme malzemesine plastisite ve şekillendirme sağlar. Bazıları suda bazıları organik sıvılarda çözünen birçok bağlayıcı vardır. Bu bağlayıcılar seramik gövdeye sağlamlık katmak için kullanılır. Bağlayıcı madde parçalar arasında köprü oluşturarak taze ürünlerin kolayca dökülmesini sağlar. Bulamaçtaki bağlayıcı miktarı, homojen ve floküle edilmiş bulamacın reolojik özelliklerini ve aynı zamanda yoğunluk ve mekanik mukavemeti de etkiler(Anand 2014).

Slip döküm işleminde çeşitli seçenekler kullanılmaktadır. Bu seçenekler şu şekildedir;

1. Boşaltma döküm
- 2.Çok parçalı bir kalıba basit döküm
3. Katı döküm
- 4.Tek parçalı bir kalıba basit döküm
5. Basınçlı döküm
6. Vakumlu döküm
7. Savurma döküm

8. Çözünebilir kalıba döküm
9. Mandrelli kalıp içerisine döküm
10. Jel döküm(İnt.Kyn.9).

2.2 Jel Döküm İşlemi

2.2.1 Jel Dökümü İle Şekillendirme

Jel döküm prosesi, kompleks şekilli seramik malzemelerin üretiminde avantaj sağlayan bir şekillendirme yöntemidir (Munro *et al.*2011). Yaş şekillendirme proseslerinden çamur döküm işlemi de kompleks şekilli malzemelerin şekillendirilmesinde kullanılabilir olsa da yüksek kalınlıklı parçaların üretiminde yoğunluk değişkenlikleri, bağlayıcı ve inorganik iyonlar gibi çözünür maddelerin heterojen dağılımı ve tanecik segregasyonu gibi problemler yaşanmaktadır (Tari 2016). Yüksek yoğunluklu alümina seramiklerin üretiminde jel-döküm prosesi yaygın olarak kullanılmaktadır (Tong and Chen 2004, Studart *et al.* 2002).

Jel-döküm işlemi, 1990' lı yılların başında Profesör Omatete ve araştırma grubu tarafından dünyaya tanıtılmıştır. Esasen, seramik tozlarının su bazlı bir monomer çözeltisi içerisinde dağılması ve sonrasında bir başlatıcı ve katalizör etkisiyle karışımın katılaşması sonucunda istenilen şekli alması esasına dayanmaktadır. Geleneksel jel-döküm prosesi yüksek mukavemetli yaş bünye üretimine olanak tanımaktadır ve bu sayede yaş bünyeler işlenebilmektedir..Ancak, geleneksel jel-döküm yönteminde kullanılan akrilamid monomeri nörotoksik bir kimyasal olduğundan araştırmacılar alternatif polimerlerin arayışı içerisinde (Jiaa *et al.*2003).

İlk jel döküm işlemi, çok fonksiyonlu akrilat monomerlerinin organik çözücüler içinde çözülmesiyle geliştirilmiştir. Bu monomerler, serbest radikal başlatıcılar tarafından polimerize edildiklerinde, yüksek ölçüde çapraz bağlanmış polimer çözücü jeller oluşturduklarını. Seramik tozu bu organik çözelti içinde bulamaç haline getirildiğinde, bir kalıba döküldüğünde ve polimerize edildiğinde, seramik tozu kalıbın şeklini almıştır.Yaş bünye havayla kurutularak, bünye tam yoğunlukta sinterlenmiş ve bağlayıcı yakılmıştır. Bu şekildejel döküm konsepti başarılı bir şekilde kanıtlanmıştır.

Çevresel sorunların öngörülmesi ve organik çözücünün giderilmesinin ek maliyetleri ve çoğu seramikçinin suda çalışmayı tercih etmesi nedeniyle, çözücü olarak su kullanımı için çaba gösterilmeye başlanmıştır.

Suda çözünür monomerler arayışı, biyoteknolojide jel elektroforezi için kullanılan akrilamid jel sistemine neden olmuştur. Akrilamid sistemi mükemmel sonuçlar vermiştir ve standart jel döküm sistemi haline gelmiştir.(Omateteet *al.*1996).

2.2.2 Jel Döküm İşleminde Polisakkaritlerin Kullanımı

Günümüzde alümina seramiklerin üretiminde, jel-döküm prosesinde kullanılmak üzere insan sağlığına ve çevreye zararlı olmayan doğal polimerlerin kullanımına yönelik çok sayıda araştırma yapılmaktadır.

Çalışmalarda kullanılan doğal polimerlerden bazıları hayvansal kaynaklı olan yumurta beyazı proteini ve jelatindir (He *et al.* 2011, Chen *et al.* 1999). Bo Su ve arkadaşları (2010), alüminanın jel döküm işleminde yumurta beyazı proteini kullandıkları çalışmalarında sinterleme sonrası küçülmeyi %15 ve 3-nokta eğme mukavemetini 314 Mpa olarak tespit etmişlerdir (He *et al.* 2011). Chen ve arkadaşları (1999), jelatini kullanarak alümina bünyenin jel döküm ile üretildiği çalışmalarında, sinterleme sonrasında %15 oranında küçülme ve 304.5 Mpa mukavemet (3-nokta eğme) değerlerini gözlemlemişlerdir (Chen *et al.* 1999).

Alümina seramiklerin jel döküm işleminde kullanılmış olan bitkisel kaynaklı polimerler ise polisakkarit türevleridir. Bugüne kadar pektin polisakkaritinin alümina jel dökümünde kullanıldığı bir çalışma yapılmamıştır. Çalışmalarda kullanılan polisakkaritler; agar, karragenan, alginat, keçi boynuzu gamı ve nişasta olmuştur. Bu polisakkaritleri içeren sistemler ile alümina jel döküm bünyeler üretilmiş ve karakterize edilmiştir (Olhero *et al.*2000, Chenhui *et al.*2008).

Agar ve keçi boynuzu gamını bir arada kullanarak alümina jel döküm gerçekleştirilmiş ve yaş bünye, bağlayıcı uzaklaştırılmış bünye ve sinterlenmiş bünyelerin küçülme ve yoğunluk değerleri incelenmiştir. Çalışmada hem polisakkarit çözeltilerinin hem de

polisakkarit içeren farklı katı oranlarına sahip alümina süspansiyonlarının reolojik ölçümleri gerçekleştirilerek jelleşme davranışları analiz edilmiştir. Polisakkaritlerin karışımı agar/keçi boynuzu gamı=80/20 olacak şekilde sabit tutulmuştur. Bu çözeltiden %0.5; %1 ve %2 oranlarında kullanılmış ve katı içeriği hacimce %30,%40 ve %50 olan üç farklı alümina süspansiyonu üzerinde denemeler yapılmıştır. Bu polisakkaritlerin jelleşme mekanizmasının önce sıcak su içerisinde çözünme ve daha sonra soğuma sırasında jelleşme olduğu bilinmektedir. Bu nedenle tüm süspansiyonlar 60 °C' de hazırlanmış ve aynı sıcaklıkta gözeneksiz kalıplara dökülmüştür. Döküm işleminden sonra oda sıcaklığında soğutulmuştur. Bağlayıcı uzaklaştırma 500 °C' de ve sinterleme 1600 °C' de yapılmıştır. Çalışmanın sonuçlarına göre, yaş bünyelerin ve bağlayıcı uzaklaştırma sonrası elde edilen bünyelerin küçülme ve yoğunluk değerlerinin neredeyse aynı olması nedeniyle bağlayıcı uzaklaştırma işlemine gerek olmaksızın üretim yapılabileceği görülmüştür.

Bu çalışma ile, bu iki polisakkaritin sinerjik etkisiyle yeterince güçlü jeller oluşturulabildiği ve bu sistemin alümina jel döküm işlemi için yeterli olduğu görülmüştür. Çalışmada erişilen en yüksek pişmiş yoğunluk (%teorik yoğunluk) %92.2 olmuştur (Olhero *et al.* 2000).

Millan ve arkadaşları (2002), karragenanın alümina bünyelerin jel döküm işleminde kullanımını araştırdıkları çalışmada, öncelikle farklı konsantrasyonlara sahip (kütlece. %1, 2, 3 ve 4) karragenan çözeltilerinin sıcaklığa bağlı olarak reolojik davranışlarını incelemişlerdir. Bu çalışma ile çözünme ve jelleşme sıcaklıkları tespit edilmiştir. Karragenan çözeltilerinin 60 °C gibi su için buharlaşmanın fazla olmadığı bir sıcaklıkta tam olarak çözüldüğü ve 35 °C gibi oda sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta jelleştiğini tespit etmişlerdir. Jelleşme sıcaklığının oda sıcaklığının altında olmaması, jelleşme için dondurma işlemine gerek bırakmayarak bir diğer avantajlı durum olmuştur.

Çalışmada ağırlıkça %80 oranında alümina içeren süspansiyona ağırlıkça %0.25 karragenan eklenerek çelik kalıplara dökülmesi ve jelleşme için soğutulması sonrasında elde edilen yaş bünye %58.2 teorik yoğunluğa sahiptir. Yaş bünye, 1500 °C' de 2saatlik pişirim sonrasında %98.2' lik teorik yoğunluğa erişmiştir. Toksik olmayan ve çok ucuz

olan karragenanın yüksek yoğunluklu alümina seramiklerin üretimine uygun olduğu görülmüştür (Millan *et al.* 2002).

Xie ve arkadaşları (2001), sodyum alginatın alümina jel döküm prosesinde kullanımını araştırdıkları çalışmada, sodyum alginatın jelleşmesi için +2 değerlikli katyon kaynağı olarak Ca^{+2} 'yi kullanmışlardır. Öncelikle birçok kalsiyum kaynağı tuz içerisinde, 60 °C gibi sodyum alginatın da çözündüğü yüksek sıcaklıklarda sudaki çözünürlüğü yüksek olan tuzu ($Ca(IO_3)_2 \cdot 6H_2O$) belirlemişlerdir. Bu şekildeki çözünürlük davranışı, jel döküm prosesinde Ca^{+2} katyonlarının çözeltiye daha yavaş şekilde verilmesini ve böylelikle döküm prosesini kontrollü bir şekilde yapmaya olanak tanımaktadır. Çünkü döküm ve kalıptan alma işlemleri için belirli bir süreye ihtiyaç duyulmaktadır, çok ani jelleşme ve katılaşma istenmez.

Çalışmadaki dikkat çekici olan bir diğer nokta zeta potansiyeli ölçüm sonuçlarıdır. Oda sıcaklığında, tek başına alümina süspansiyonunun izoelektrik noktası pH 6 iken, alginat ilavesiyle pH 2.1'e düşmüştür. Bu durum, oda sıcaklığında dahi alümina partikülleri yüzeyine sodyum alginat absorpsiyonunu ve çift tabaka kalınlaşmasını göstermektedir. Yapılan viskozite ölçümleriyle alginat, kalsiyum tuzu beraberinde alümina süspansiyonunun 60 °C'de jelleştiği tespit edilmiştir. Jelleşme mekanizmasını anlamak açısından bu çalışma önemlidir (Xie *et al.* 2001).

Jia ve arkadaşları (2002), iki farklı çalışmada yine sodyum alginatın alümina jel dökümünde uygulanmasını incelemişlerdir. Bu çalışmalarında, jel döküm işlemini bir jelleştirici ajan yardımıyla daha kontrollü ve son ürün kalitesini artırma yönünde kullanmışlardır. Kullanılan jelleştirici ajanın ($(NaPO_3)_6$) jelleşme süresini ani oluşumdan 18 dakikaya çıkararak kontrollü bir jelleşme sağladığını tespit etmişlerdir. Bu şekilde, sodyum alginat ile gerçekleştirilen jel döküm işleminin endüstriyel uygulanabilirliğini artırmayı hedeflemişlerdir. Çalışma sonucunda kuru küçülme %15.7 ve kuru mukavemet 8 MPa olarak; 1600 °C'de sinterleme sonrası son ürünün teorik yoğunluğu %98.7 ve pişmiş mukavemet değeri 320.4 MPa olarak tespit edilmiştir.

Alüminanın jel döküm işleminde kullanılmış olan bir diğer polisakkarit ise modifiye nişastadır. Minatti ve arkadaşları (2008), modifiye nişastayı jelleştirici olarak kullandıkları proses ile alümina jel döküm bünyeleri üretmişlerdir. Çalışmada hacimce %55 katı içerikli alümina süspansiyonuna ağırlıkça %0.5 oranında modifiye nişasta ilave ederek üretilen alümina bünyelerin sinterleme sonrası %93 teorik yoğunluğa ve 325 MPa mukavemete sahip olduğu görülmüştür. Chenhui ve arkadaşları (2008), %1 oranında modifiye nişasta kullanarak jel döküm işlemini gerçekleştirdikleri alümina bünyelerin 1700 °C' de sinterleme sonrası teorik yoğunluğunun %93 olduğunu belirlemişlerdir (Jia *et al.* 2002, Chenhui *et al.* 2008).

Bu tez çalışmasında, jelleşme davranışı sodyum alginata benzer bir mekanizma ile ortamda Ca^{+2} varlığına dayalı olan bir polisakkarit olan pektinin alümina jel dökümünde kullanılabilirliği araştırılmıştır.

2.3 Pektin

Pektin, su içerisinde düşük konsantrasyonlarda bile jelleşme özelliği gösteren bir hidrokolloiddir. Bu nedenle pektinin jelleştirici ajan olarak ticari kullanımı yaygındır. Son yıllarda jelleştirici özelliğinin yanısıra stabilizatör ve kalınlaştırıcı olarak kullanımı da anlaşılmıştır. Bu nedenle kullanım alanı genişlemiştir. Gıda, ilaç, boya, polimer gibi çok çeşitli endüstrilerde reoloji modifiye edici olarak kullanılır (Fraeye *et al.* 2010).

Pektini ticari olarak başarılı kılan bir diğer özelliği de meyve artıklarından üretiliyor olmasıdır. Meyve artıklarının katma değeri yüksek bir madde olan pektine dönüşümü önemlidir. Günümüzde pektin ticari olarak en yaygın şekilde esansiyel yağ üretiminden arta kalan narenciye kabuklarından (%85.5), meyve suyu üretiminden arta kalan elma küspesinden (%14) ve şeker eldesi sonrası arta kalan şeker pancarı küspesinden (%0,5) izole edilerek üretilmektedir. Pektin, bitki hücrelerinin birleşim noktalarında yer alan ara lamellerde ve birincil hücre duvarlarında bol miktarda bulunmaktadır. Bu polisakkarit bitkiye dayanım ve esneklik sağlamaktadır (Chan *et al.* 2017).

Kimyasal olarak pektin, birbirlerine kovalent bağı galakturonik asit birimlerinden oluşan bir anyonik polisakkarittir. Pektin, yapısında bulunan monomerler olan galakturonik asit birimlerinin birbirlerine bağlanmasıyla oluşan bir biyopolimerdir. Galakturonik asit moleküllerinden bazıları metoksillenmiş (metil-esterleşmiş) olabilir. Metanol ile esterleşmesinin derecesine bağlı olarak pektinin ticari olarak sınıflandırılmasında, metilasyon derecesi (MD) denilen bir kavram kullanılır. MD, galakturonik asit birimlerinin metil-esterleşme derecesidir. MD, yüzde olarak ifade edilen bir büyüklük olup metil-esterlerin galakturonik asit birimlerine mol cinsinden oranıdır. MD, pektinlerin jelleşme davranışını etkileyen önemli bir parametredir. DM'nin değerine göre düşük metoksi pektin (LMP) ve yüksek metoksi pektin (HMP) olmak üzere iki tür ticari sınıflandırma mevcuttur. Düşük metoksi pektinde $DM < 50$ ve yüksek metoksi pektinde $MD > 50$ ' dir (Einhorn-Stoll 2017).

Yüksek metoksi pektin ile düşük metoksi pektinin jelleşme mekanizmaları birbirlerinden oldukça farklıdır. Yüksek metoksi pektinde, düşük pH ortamlarında yüksek miktarda sukroz varlığında birbirine komşu galakturonik asit birimleri arasında meydana gelen hidrojen bağları jelleşmeye neden olur. Hidrojen bağlanmaları yanısıra hidrofobik etkileşimler jelleşmeyi sağlayan güçlü bir etkendir (Chan *et al.* 2017, Kastner 2012).

Düşük metoksi pektin, “yumurta kutusu” modeli (egg-box model) olarak adlandırılan mekanizma ile jelleşir. Düşük metoksi pektin ortamda 2 değerlikli metal katyonları varlığında ve geniş bir pH aralığında jelleşir. Jelleştirici olarak en yaygın şekilde kullanılan Ca^{+2} katyonlarıdır.

İki farklı zincire ait olan iki karboksilat arasında meydana gelen kalsiyum köprüleri sayesinde jelleşme oluşur. Kalsiyum köprüleri iyonik karşılıklı bağlanmalar ile oluşur.

Komşu galakturonik asit zincirleri, yapılarındaki karboksil gruplarının elektrostatik ve iyonik bağlanmaları ile aralarında kalsiyum iyonlarını barındıran “yumurta kutusu” modelini oluşturarak makro seviyede jel yapısını oluştururlar. Genel olarak, yumurta kutusu şeklindeki oluşumlar elektrostatik etkileşimler vasıtasıyla, daha sonra hidrojen

bağları oluşumuyla ve Van der Waals etkileşimleriyle kararlı hallerini korurlar. Kalsiyum konsantrasyonunun artması daha kuvvetli jel oluşumuna olanak tanımaktadır (Chan *et al.* 2017).

Yaptığımız tez çalışmasında daha geniş pH aralığında jelleşme sağlayan düşük metoksi pektin kullanılmıştır. Düşük metoksi pektinin oluşturduğu jellerde jel kuvveti, düşen sıcaklıkla ve artan Ca^{+2} konsantrasyonu ile birlikte artmaktadır (Chan *et al.* 2017).

3. MATERYAL ve METOT

3.1 Materyal

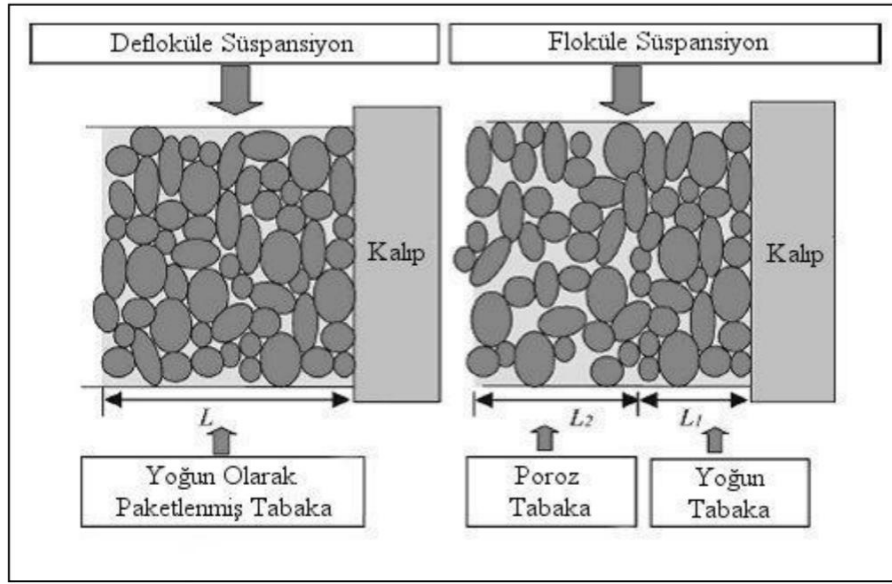
Bu çalışmada, yüksek saflıkta (%99.9) alfa faz alümina (α -Al₂O₃) kullanılmış olup Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir.

Çalışmada kullanılan saf su Afyon Kocatepe Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarından temin edilmiştir.

Bu çalışmada kullanılan pektin gıdalarda kullanılmakta olan toz halindeki düşük metoksilli pektin olup Katkı Dünyası adlı firmadan temin edilmiştir.

Çalışmada kullanılan kalsiyum klorür (CaCl₂)Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.Beyaz renkte, kokusuz, higroskopik toz olan kalsiyum klorürhava ile temas edince tozlanan kristallerinem çekici olarak da bilinir. Molekül ağırlığı 110.98 g/mol'dür. Gıda, tarım, inşaat,petrol rafinerileri dahil pek çok alanda kullanılmaktadır (İnt.Kyn.10).

Çalışmada kullanılan Dolapix CE64 adı verilen ticari bir deflokulant Zschimmer & Schwarz firmasından temin edilmiştir. Dolapix CE 64, alkali içermeyen organik, köpük yapmayan çözüdürücü bir maddedir.Katı içeriği yüksek olan malzemelerin üretilmesini mümkün kılar.Ürün sıvı olduğundan ve bu nedenle komplikasyonsuz ayrıldığından, deflokülasyon etkisi malzemeye eklenmesinden hemen sonra başlar. Bu nedenle, deflokulantı malzemeye hızlı, homojen bir şekilde dahil ederek ayarlamak her zaman mümkündür. Deflokulant, yüksek katı içeriğe sahip süspansiyonun slip yoğunluğunu arttırmak, şekillendirilmiş malzemenin kurutma hızını arttırmak, kurutma küçülmesini ve şekillendirilen ürünlerde oluşan çatlak ve çarpıklıkları azaltmak gibi avantajlar sağlamaktadır .Dolapix CE 64, polimetakrilik asidin amonyum tuzunun sulu çözeltisidir (PMAA-NH₄).



Şekil 3.1 Deflokulant ve flokulant kullanılan süspansiyonlar (İnt.Kyn.10).

3.2 Metot

3.2.1 Kullanılan Cihazlar ve Yöntem

Alümina tozunun tane boyutu analizi Afyon Kocatepe Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü'nde bulunan ve Resim 3.1 (b)'de görülen Malvern, Mastersizer 2000 marka lazerli tane boyut analiz cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada kullanılan alüminanın faz analizi Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi Laboratuvarında (TUAM) bulunan ve Resim 3.1 (d)'de görülen Bruker marka D8 Advance Model X-ışınları kırınımı cihazı ile XRD yöntemiyle gerçekleştirilmiştir.

Reolojik analizler Afyon Kocatepe Üniversitesi Maden Mühendisliği laboratuvarındaki Resim 3.1 (c)'de görülen Anton Paar Rheolab QC marka reometre cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Alümina malzemenin saf su ve deflokulant ile çamur oluşumu Afyon Kocatepe Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Laboratuvarında bulunan Sermaş marka bilyalı jet değirmende gerçekleştirilmiştir.

Malzemelerin sinterleme işlemi Afyon Kocatepe Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Laboratuvarında bulunan laboratuvar tipi fırında gerçekleştirilmiştir.

Alümina seramiklerin yaş ve sinterlenmiş numunelerinin üç nokta eğme mukavemet analizleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Malzeme Mühendisliği laboratuvarındaki Autograph Shimadzu AG-IS 100kN marka cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme öncesi ve sonrasında numunelerin mikroyapı analizleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi Laboratuvarında (TUAM) bulunan ve Resim 3.1 (a)'da görülen Leo marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Malzemelerin su emme analizi Afyon Kocatepe Üniversitesi Malzeme Mühendisliği laboratuvarındaki Ser Ac Adapter marka Arşimet terazisi kullanılarak yapılmıştır.

Porozite analizi Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi Laboratuvarında (TUAM) Micromeritics marka Civa Porozimetre Cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Malzemelerden vakumla hava kabarcıkları giderim işlemi Afyon Kocatepe Üniversitesi Kimya Mühendisliği laboratuvarındaki Blue Poard marka vakumlu etüvde gerçekleştirilmiştir.



(a)



(b)



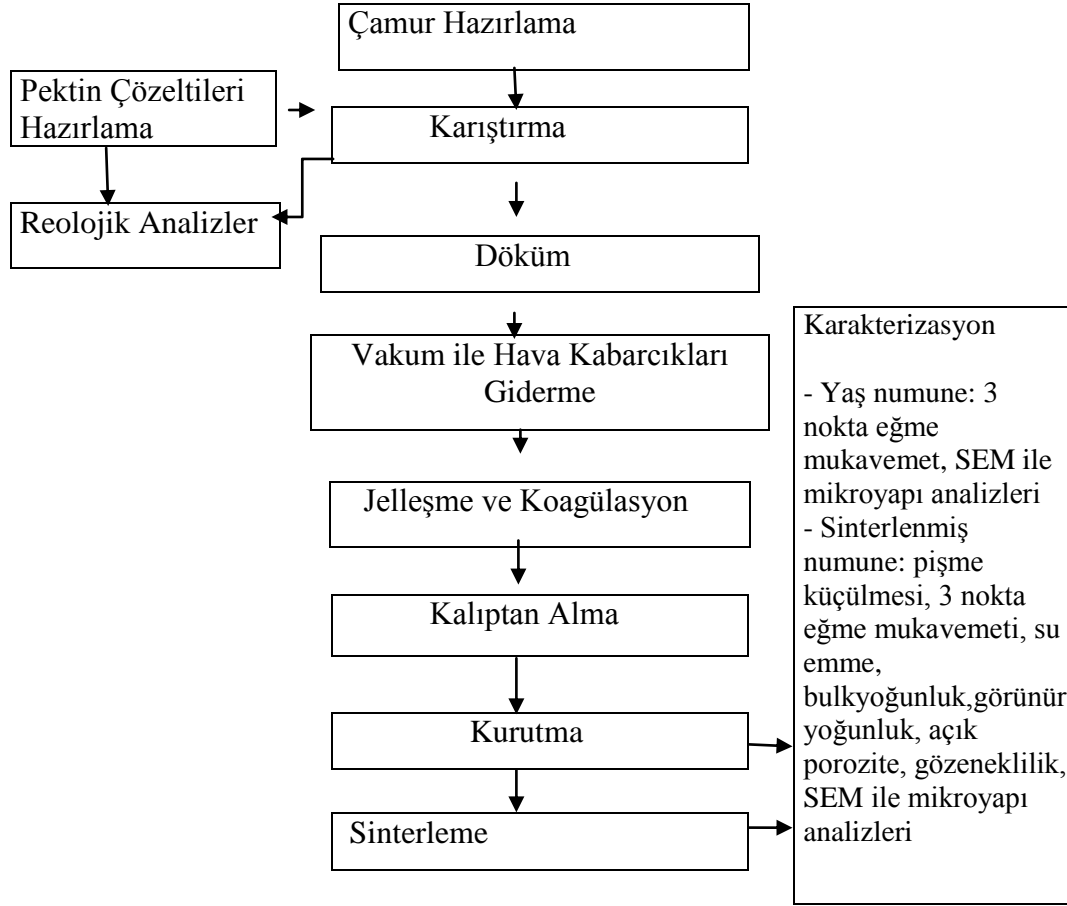
(c)



(d)

Resim 3.1 (a) Taramalı elektron mikroskobu (SEM), (b) Tane boyut analiz cihazı, (c) Reometre, (d) X-ışınları kırınımı cihazı (XRD).

Bu çalışmada, yüksek kararlılık ve yoğunluğa sahip alfa alümina ve pektin kullanılarak üretilen alümina bünyelerin fiziksel ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Pektin kullanılarak oluşturulan alümina bünyelerin oluşturulmasında gerçekleştirilen işlemlerin akım şeması Şekil 3.1'de gösterilmiştir.



Şekil 3.2 Deneysel çalışmalar şeması.

3.2.2 Pektin Çözeltileri Hazırlama ve Reolojik Analizleri

Bu çalışmada farklı konsantrasyonlara sahip pektin çözeltileri, saf su içerisinde Resim 3.2'de görüldüğü gibi pektinin 55-65 °C 'de manyetik karıştırıcı ısıtıcı kullanılarak çözülmesiyle oluşturulmuştur. Çalışmada, ortamda glikoz olmadığı durumlarda da jelleşme özelliği gösterebilen düşük metoksilli pektin kullanımı tercih edilmiştir. Pektinin jelleşmesinde ortamda Ca^{+2} iyonları varlığı gerektiği için kalsiyum kaynağı olarak $CaCl_2$ kullanılmış olup homojenize olmuş pektin çözeltisine farklı konsantrasyonlarda $CaCl_2$ ilave edilip karıştırılmaya devam edilmiştir. Farklı miktarlarda $CaCl_2$ ilavesinin pektin çözeltilerinin reolojik özelliklerine etkisi gözlenmiş olup, oluşturulan pektinli çözelti başka bir manyetik karıştırıcıda 1 saat süre ile oda sıcaklığında karıştırılmıştır.

Jel kıvamına gelen çözelti bir gün süre ile +4 °C sıcaklıkta buz dolabında bekletilip reolojik analizleri yapılmıştır. Hazırlanmış ve reolojik analizlerde kullanılmış olan pektin çözeltilerine ait formülasyonlar Çizelge 3.1' de sunulmuştur.

Çizelge 3.1 Reolojik analizde kullanılan kompozisyonlar.

Numuneler	Kütlece saf su (g)	Pektin Konsantrasyonu (kütlece %)	CaCl ₂ Konsantrasyonu (kütlece %)
P1	100	0.5	0.3
P2	100	0.5	0.5
P3	100	1	0.3
P4	100	1	0.5
P5	100	1.5	0.3
P6	100	1.5	0.5
P7	100	2	0.3
P8	100	2	0.5



Resim 3.2 (a) Pektin, (b) Jelleşmiş pektin.

3.2.3 Süspansiyon Hazırlama ve Standart Bünyelerin Oluşturulması

Bu çalışmada tüm alümina süspansiyonlarının katı konsantrasyonu hacimce %50 olacak şekilde ayarlanmıştır. Resim 3.3'te de görüldüğü gibi alümina tozunu sulu süspansiyon haline getirebilmek için saf su ve Dolapix CE64 adı verilen ticari bir deflokulant kullanılmıştır. Şahit numune olarak pektin içermeyen bir alümina süspansiyonu hazırlanmış ve jet değirmende 4 saat karıştırılarak homojen bir hal alması sağlanmıştır. Daha sonra değirmenden alınan malzeme, alçı kalıp kullanılarak klasik döküm yöntemiyle şekillendirilmiştir. Pektin içermeyen ve alçı kalıpta şekillendirilen bu numune standart (S) olarak isimlendirilmiştir.



(a)



(b)



(c)



(d)

Resim 3.3 (a) Alümina, (b) Jet değirmeni, (c) Alçı kalıplar, (d) Standart bünyeler.

3.2.4 Pektin Kullanılan Alümina Bünyelerin Jel Döküm İşlemi

Jet değirmeninden alınan alümina süspansiyonlar farklı oranlarda pektin ve CaCl₂ ile homojen olacak şekilde manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Jel döküm yoluyla süspansiyonların kalıplanması işlemi için daha önceden etüvde 60 °C' ye ısıtılmış gözeneksiz silikon kalıplar kullanılmıştır. Jelleşme sırasında numunelerin içerisindeki oluşan hava kabarcıkları Resim 3.5'teki 60 °C' deki vakumlu etüv kullanılarak 30 dakika boyunca giderilmiştir. Sonrasında numuneler kalıplar içerisinde 24 saat boyunca oda sıcaklığında bekletilerek kalıplardan çıkarılmıştır. Kalıptan çıkarılan numuneler oda sıcaklığında 48 saat kurumaya bırakılıp daha sonra analizleri gerçekleştirilmiştir. Birinci seri deneysel çalışmanın karışım oranları Çizelge 3.2 'de ve ikinci seri deneysel çalışmanın oranları Çizelge 3.3 'de verilmiştir. İki seri arasındaki temel farklılık CaCl₂ konsantrasyonunun değiştirilmesi olmuştur.

Çizelge 3.2 Birinci seri karışım oranları.

Numuneler	Alümina katı Konsantrasyonu (hacimce %)	Pektin Konsantrasyonu (kütlece %)	CaCl ₂ konsantrasyonu (kütlece %)
S	50	-	-
A1	50	0.5	0.3
A2	50	1	0.3
A3	50	1.5	0.3
A4	50	2	0.3

Çizelge 3.3 İkinci seri karışım oranları.

Numuneler	Alümina katı Konsantrasyonu (hacimce %)	Pektin Konsantrasyonu (kütlece %)	CaCl ₂ konsantrasyonu (kütlece %)
S	50	-	-
B1	50	1	0.15
B2	50	1.5	0.15
B3	50	2	0.15
B4	50	2.5	0.15

Yapılan birinci ve ikinci çalışmadaki karışımların kıvamları Resim 3.4'te gösterilmiştir.



(a)



(b)



(c)



(d)

Resim 3.4 (a),(b) Birinci seri, (c),(d) İkinci seri.

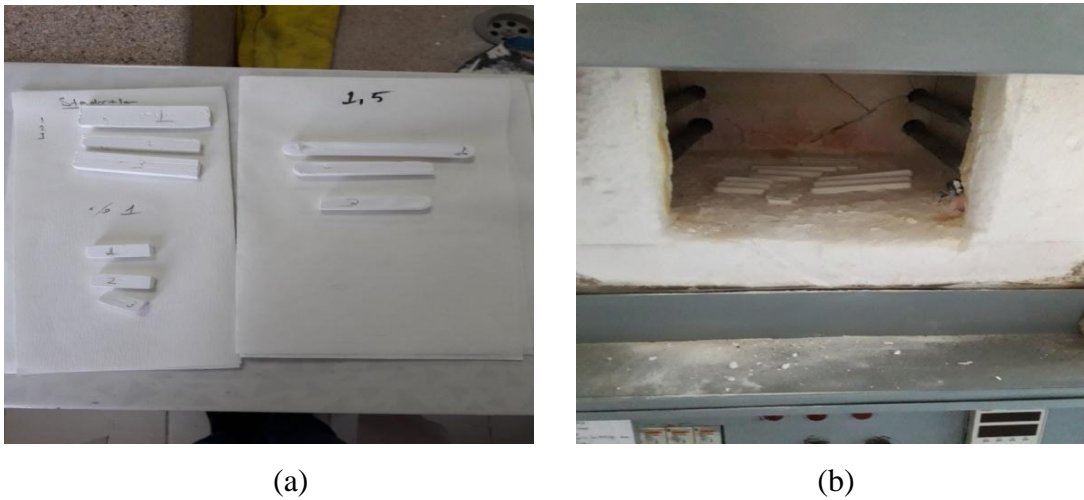
İkinci seri çalışmada da birinci çalışmada uygulanan işlemler uygulanmıştır. Resim 3.4'te de görüldüğü gibi birinci seri çalışmada jel döküm işlemi süspansiyonun yoğun kıvamından dolayı güçlüklerle gerçekleştirilirken ikinci seri çalışmada ise, jel döküm işleminin rahat bir şekilde gerçekleştiği gözlemlenmiştir. İkinci çalışma sonucu elde edilen numuneler kalıplardan çıkarıldıktan sonra yaş olarak ve sinterlenerek karakterizasyon analizleri yapılmıştır.



Resim 3.5 (a) Vakumlu etüv, (b) Alümina bünyeler.

3.2.5 Sinterleme

Bu çalışmada, standart numunelerin ve ikinci seri numunelerin jel döküm yöntemiyle oluşturulan alümina bünyelerin sinterleme işleminin yapılması için laboratuvar tipi elektrikli fırın kullanılmıştır. Dijital kumpas yardımıyla boy ölçümleri alınan standart ve jel döküm alümina bünyeler, pektinin uzaklaştırılması ve bünyelerin daha sağlam bir yapıya sahip olması için sıcaklığı dakikada 10 °C artacak şekilde ayarlanan laboratuvar tipi elektrikli fırında sıcaklık 1500 °C'ye ulaşana kadar bekletilmiştir. Sıcaklık 1500 °C'ye ulaştığında ise 1 saat bekletilen malzemeler ertesi gün fırından alınmıştır. Sinterlenen numunelerin fiziksel ve mekanik testleri yapılmıştır.



Resim 3.6 (a) Alümina bünyeler, (b) Laboratuvar tipi elektrikli fırın.

3.3 Karakterizasyon

3.3.1 Porozite Ölçümü

Civa porozimetresi, toz veya yığınsal numunelerde por boyutu, por boyut dağılımı ve yüzey alanı ölçümleri ile kütleli yoğunluk tayininde kullanılmaktadır. Ölçüm, civa gibi reaktif ve ıslatıcı olmayan bir sıvının, yeterli basınç uygulanmadığı takdirde ince porlara giremeyeceği prensibi üzerine kuruludur. Cihaz, uygulanan basınca karşı hücrede azalan civa miktarını, hücre uçları arasındaki kapasitans değişiminden tayin eder. Por boyutu ise basıncın fonksiyonu olarak hesaplanır. Civa porozimetresi katalizör, seramikler, mineral ve maden ürünleri, sinterlenmiş materyal, yapı malzemeleri, biyolojik implantlar, membranlar, adsorbanlar, aktif karbon, zeolit, ilaç hammaddeleri, metalurjik tozlar, aşındırıcılar ve polimerler gibi malzemelerin gözeneklilik ve boyutsuz hacim dağılımlarının hesaplanmasında kullanılmaktadır.

İkinci seri çalışmada elde ettiğimiz yaş alümina numunelerin porozite analizleri yapılmıştır. Bu numunelerin sinterlenmesi sonrası ise kuru ağırlıkları alınan sinterlenmiş numuneler Resim 3.7 (a)'da olduğu gibi beherler içinde bulunan saf suda ısıtıcılar yardımıyla 2 saat boyunca kaynatılmıştır.



(a)



(b)

Resim 3.7 (a) Bünyelerin kaynatılma işlemi, (b) Arşimet terazisi.

Kaynama sonrası soğumaya bırakılan malzemelerin bir süre sonra Resim 3.7 (b)'de görülen Arşimet terazisinde yaş ve askıda ağırlık ölçümü yapılmıştır. Buradaki verilere göre malzemelerin su emme, yığın yoğunluk, görünür yoğunluk ve açık porozite oranları aşağıdaki formüllere göre hesaplanmıştır ve sonuçlar bulgular kısmında çizelge halinde verilmiştir.

$$Su\ Emme = \frac{C-B}{B} 100 \quad (3.1)$$

$$Yığın\ Yoğunluk = \frac{B}{C-A} \quad (3.2)$$

$$Görünür\ Yoğunluk = \frac{B}{B-A} \quad (3.3)$$

$$Açık\ Porozite = \frac{C-B}{C-A} 100 \quad (3.4)$$

A=Askıda Ağırlık, B=Kuru Ağırlık, C=Yaş Ağırlık

3.3.2 Küçülme

Sinterleme sonrası alümina bünyelerde meydana gelen küçülme miktarının belirlenmesi için kuru ve sinterlenmiş numunelerin dijital kumpas ile ölçümleri yapılarak aşağıdaki formül yardımıyla pişme küçülmeleri hesaplanmıştır ve sonuçlar ise bulgular kısmında çizelge halinde verilmiştir.

$$\%Pişme\ Küçülmesi = \frac{L_1 - L_2}{L_1} 100 \quad (3.5)$$

L_1 : Kuru numunenin uzunluğu (mm),

L_2 : Pişmiş (sinterlenmiş) numune uzunluğu (mm)

3.3.3 Üç Nokta Eğme Mukavemeti

Bu çalışmada malzemelerin mekanik dayanımını ölçmek için bütün örnekler üç nokta eğme mukavemet testi uygulanmıştır. Analiz için şekli uygun olmayan numuneler zımpara yardımı ile düzgün bir şekle sokulmuştur. Deney dijital kumpas yardımıyla en ve yükseklikleri ölçülen birinci ve ikinci çalışma sonucu elde edilen yaş numunelerin ve sinterlenmiş olan ikinci çalışma numunelerinin üç nokta eğme mukavemet cihazındaki mesnetler arasına düzgün bir şekilde yerleştirilerek kırılma oluşana kadar kuvvet uygulanması şeklinde yapılmıştır. Denemeler üç tekrarlı olacak şekilde düzenlenmiş ve çıkan değerler bulgular kısmında çizelge ve grafikler halinde verilmiştir.



(a)



(b)

Resim 3.8 (a) Dijital kumpas, (b) Üç nokta eğme mukavemet analiz cihazı.

3.3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı Analizleri

Cihaz üzerinde ikincil elektron (secondary electron), geri yansıyan elektron (backscattered electron) ve X ışınları (EDX- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) detektörü bulunmaktadır.

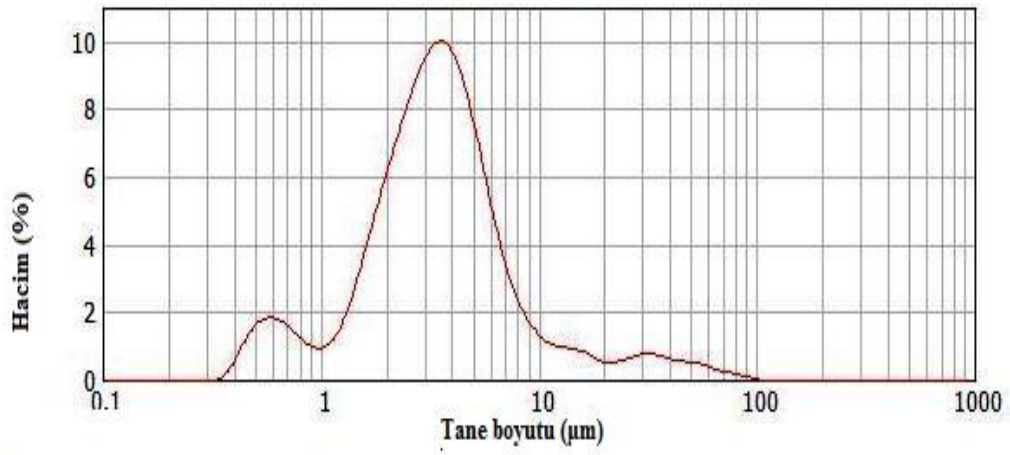
Bu çalışmada iletken olmayan alümina numuneler üç nokta eğme mukavemet testi sonrasında yaş ve sinterlenmiş olan alümina numuneler, karbonla kaplanarak cihaza konulmuştur ve bünyelerin mikro yapıları incelenmiştir.

4. BULGULAR

4.1 Alüminanın Özellikleri

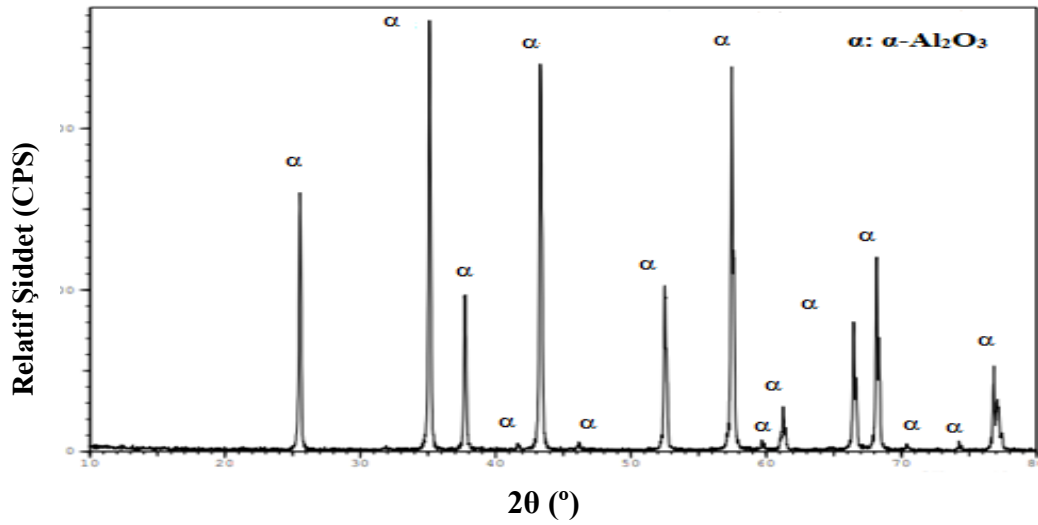
4.1.1 Hammaddenin Tane Boyutu Analiz Sonuçları

Tane boyutu analiz sonuçları Şekil 4.1'de sunulmuştur. Analiz sonuçlarına göre α - Al_2O_3 'nin d(10), d(50) ve d(90) değerleri sırasıyla 1.24 μm , 3.38 μm ve 8.99 μm olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.1 Alümina tozu tane boyut dağılımı.

4.1.2 Alüminanın XRD Analiz Sonucu

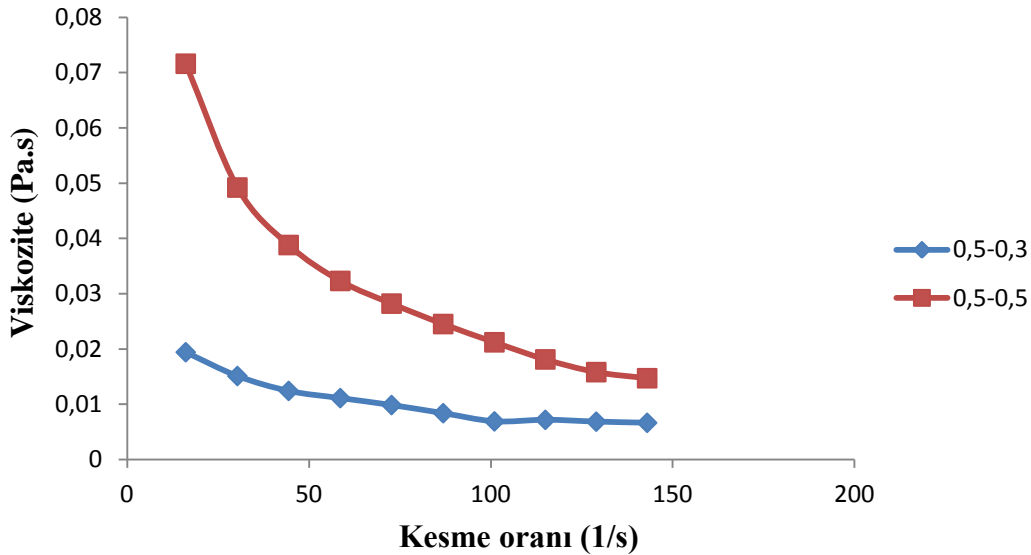


Şekil 4.2 Alümina tozunun XRD faz analizi.

Yapılan analiz sonucuna göre herhangi bir safsızlık pikine rastlanmamıştır ve kullanılan alümina tozunun yalnızca α -Al₂O₃ ' dan oluşmakta olduğu anlaşılmıştır.

4.2 Pektin Çözeltisinin Reolojik Sonuçları

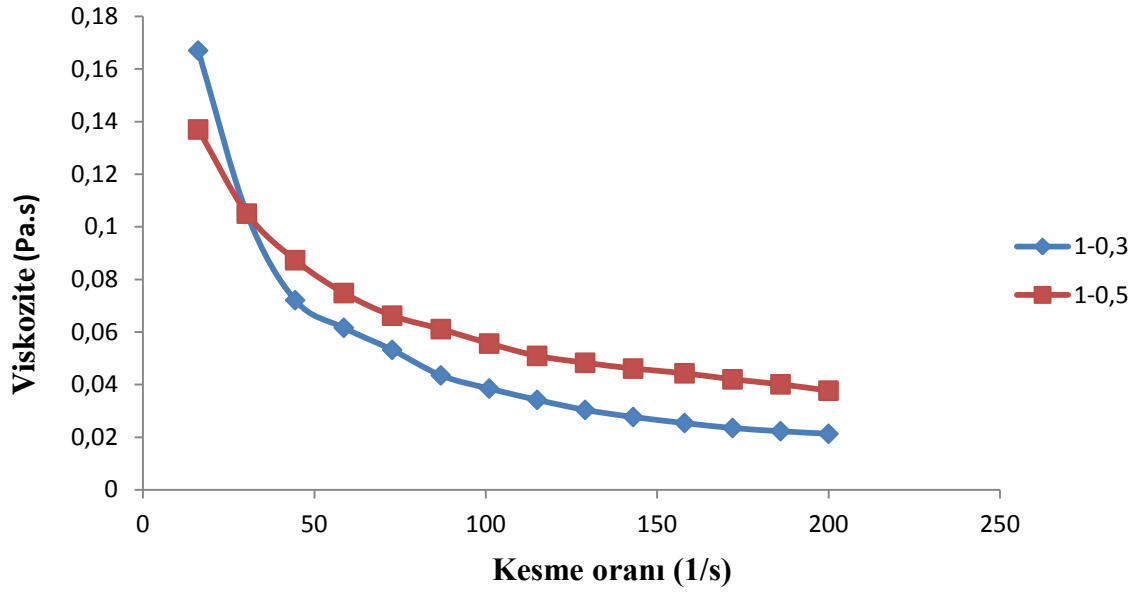
Bu araştırmada, pektin ve pektin kullanılan alümina çözeltilerinin reolojik analizleri gerçekleştirilmiş ve sonuçlar Şekil 4.3-4.6' da verilmiştir. Bu grafiklerde kesme oranındaki değişimin viskozite üzerindeki etkisi görülmektedir. Grafikler incelendiğinde pektin miktarındaki ve CaCl₂ miktarındaki değişimlerin, viskozite miktarındaki değişimi etkilediği gözlenmiştir.



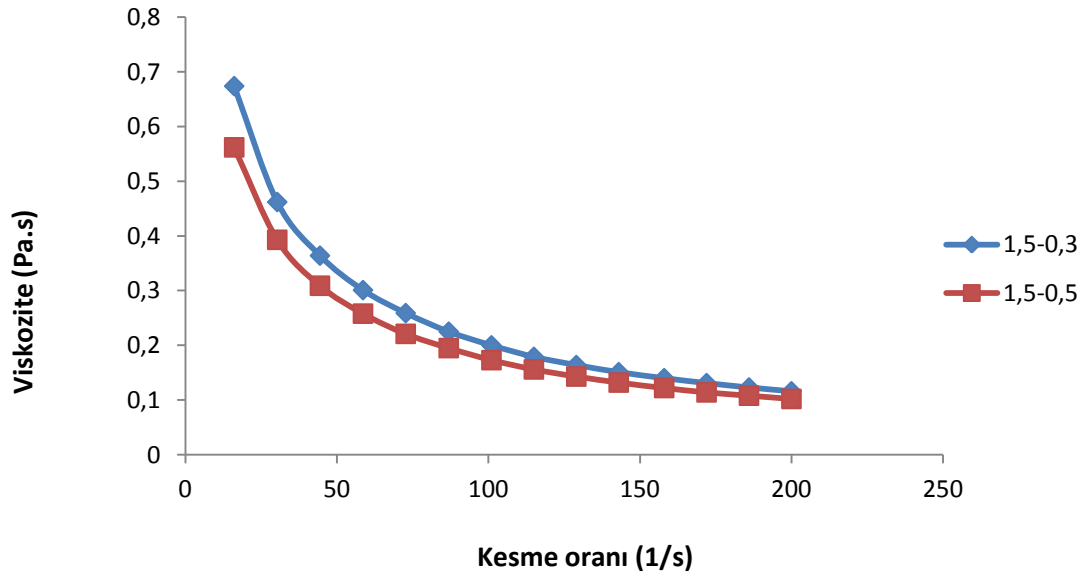
Şekil 4.3 %0.5 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.

Şekil 4.3 ve Şekil 4.4 sırasıyla kütlece %0.5 ve %1 pektin çözeltileri için iki farklı CaCl₂ miktarı kullanımında viskozite değişimini göstermektedir. Grafiklere göre pektin miktarındaki değişim viskoziteyi etkilemektedir. Buna göre, %1 pektin kullanılan çözeltilerin viskozite değerleri her durumda %0.5 kullanılan çözeltiden yüksektir.

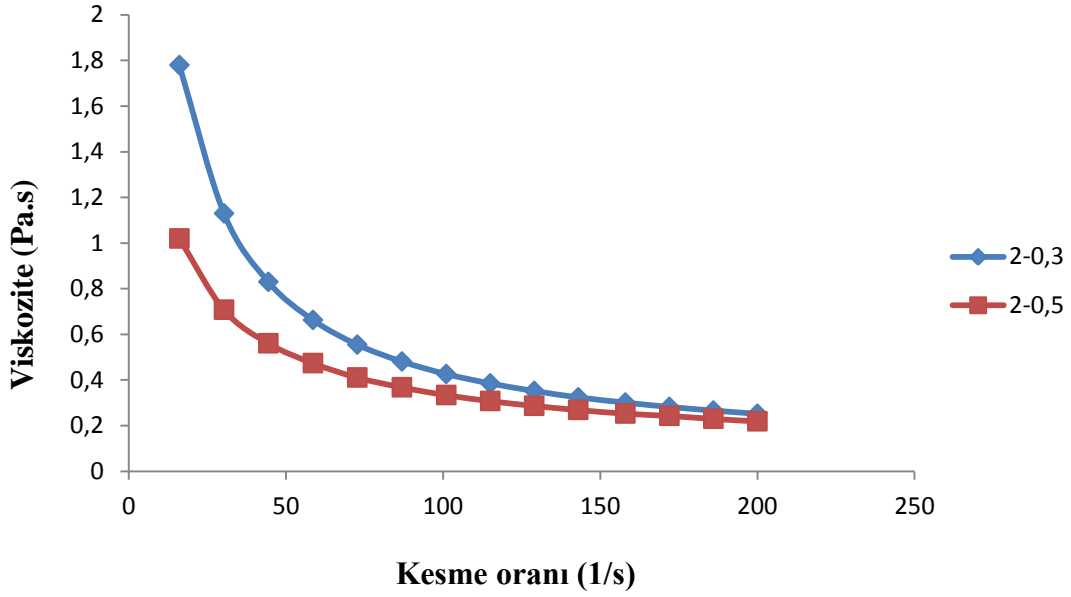
CaCl₂ miktarının viskoziteyi etkilediği gözlenmiştir. Hem %0.5 hem de %1 pektin kullanımında CaCl₂ miktarı arttıkça viskozite değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Jelleştirici olan CaCl₂' ün artması pektin moleküllerinin birbirine yaklaşmasını sağlamış ve viskozitenin artmasına neden olmuştur.



Şekil 4.4 %1 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.



Şekil 4.5 %1.5 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.



Şekil 4.6 %2 pektin ve %0.3 ve %0.5 CaCl₂ bulunduran çözeltilerin reolojik analiz grafiği.

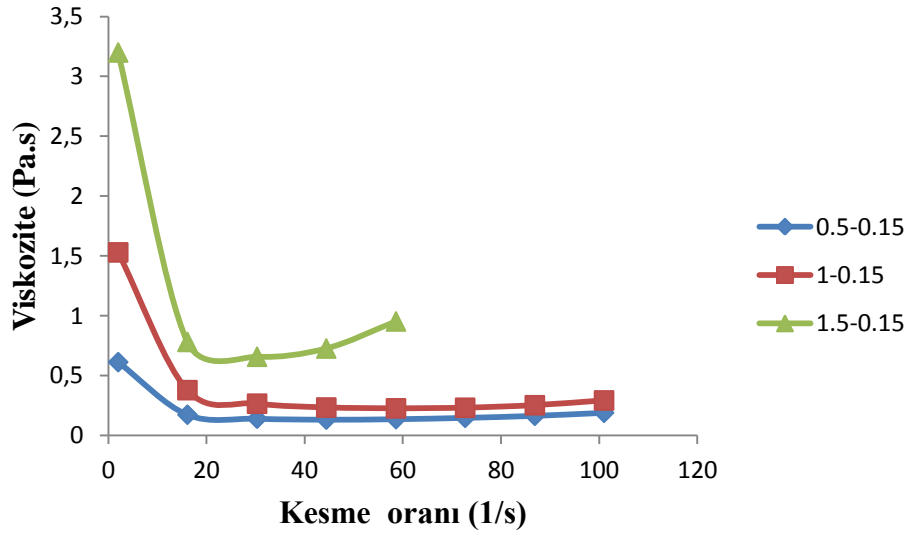
Şekil 4.5 ve Şekil 4.6 sırasıyla kütlece %1.5 ve %2 pektin çözeltileri için iki farklı CaCl₂ miktarı kullanımında viskozite değişimini göstermektedir. Grafiklere göre pektin miktarındaki değişim viskoziteyi etkilemektedir. Buna göre, %2 pektin kullanılan çözeltilerin viskozite değerleri her durumda %1.5 kullanılan çözeltiden yüksektir.

CaCl₂ miktarının ise viskoziteyi önemli miktarda etkilemediği gözlenmiştir. Hem %1,5 hem de %2 pektin kullanımında CaCl₂ miktarı arttıkça viskozite değerlerinin önemli ölçüde değişmediği gözlenmiştir.

Buna göre, pektin miktarının yüksek olduğu çözeltilerde (%1.5 ve %2) jelleştirici miktarının viskozite üzerindeki etkisinin, pektin miktarı düşük olan çözeltilerdekenden (%0.5 ve %1) daha az etkili olduğu görülmüştür. Bir başka deyişle, pektin miktarı arttıkça jelleştiricinin viskozite üzerindeki etkisi azalmaktadır.

4. 3 Pektin Kullanılan Alümina Çözeltilerinin Reolojik Analiz Sonuçları

Şekil 4.7, alümina süspansiyonunda pektin miktarındaki değişimin viskozite üzerindeki etkisini göstermektedir.



Şekil 4.7 Alümina süspansiyonlarının değişen pektin miktarına göre reolojik analiz sonuçları.

Şekil 4.7' deki grafikte, alümina süspansiyonlarında değişen pektin miktarıyla birlikte farklı kesme oranlarındaki viskozite değişimi gözlenmiştir. Alümina çözeltilerinin katı konsantrasyonu hacimce %50' de sabit tutulmuştur. Pektin miktarları kütlece %0.5, 1 ve 1.5 olarak değiştirilirken CaCl_2 miktarı kütlece %0.15 olarak sabit tutulmuştur. Sonuçlar değerlendirildiğinde, artan pektin miktarıyla birlikte tüm kesme oranları için viskozitenin arttığı gözlenmiştir. %0.5 ve %1 pektin içeren alümina süspansiyonlarının viskozitesi başta kesme incilmesi davranışı göstermesi ve sonrasında Newtonian davranış göstermesi nedeniyle döküm işlemi için elverişlidir. Ancak, pektin miktarı %1.5' e çıkarıldığında artan kesme oranıyla birlikte viskozitenin arttığı gözlenmiştir. Bu durum kesme kalınlaşması olup döküm işlemini zorlaştıran bir davranış biçimidir.

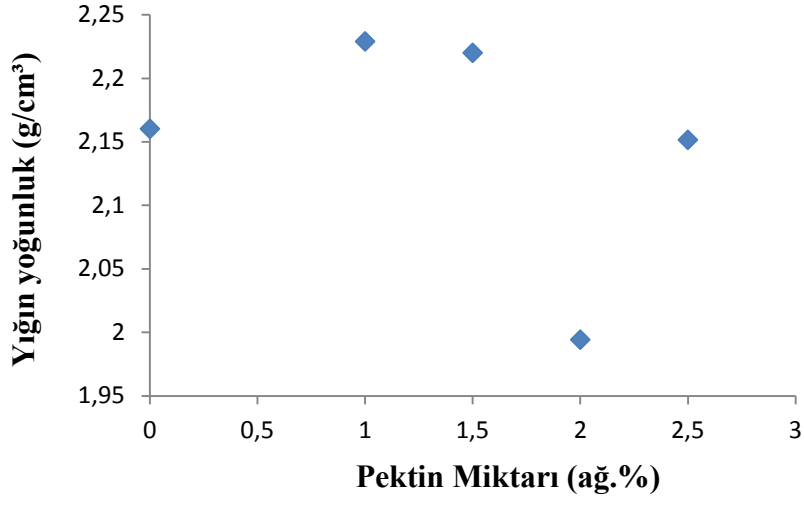
4.4 Yaş AlüminaBünyelerin Yoğunluk ve Porozite Analiz Sonuçları

Döküm işleminden sonra pişirim öncesindeki numuneler yaş numune olarak adlandırılmıştır. Yaş analizler, birinci seri döküm işlemindeki yaşanan zorluklar nedeniyle seçilen grup olan ikinci seri üzerinde test edilmiştir. Birinci seri numunelerde, jelleştirici olan CaCl_2 ' ün miktarının kütlece %0.3 olması hızlı bir sertleşmeye neden olmuş ve döküm için gerekli sürenin çok kısa olmasıyla sonuçlanmıştır. İkinci seri numuneler kütlece %0.15 oranında CaCl_2 içeren gruptur. İkinci seri numunelerde döküm için yeterli süre sağlanmış ve elde edilen yaş numuneler test edilmiştir. Test sonuçları Çizelge 4.1' de ve grafikler halinde Şekil 4.8 ve 4.9' da sunulmuştur.

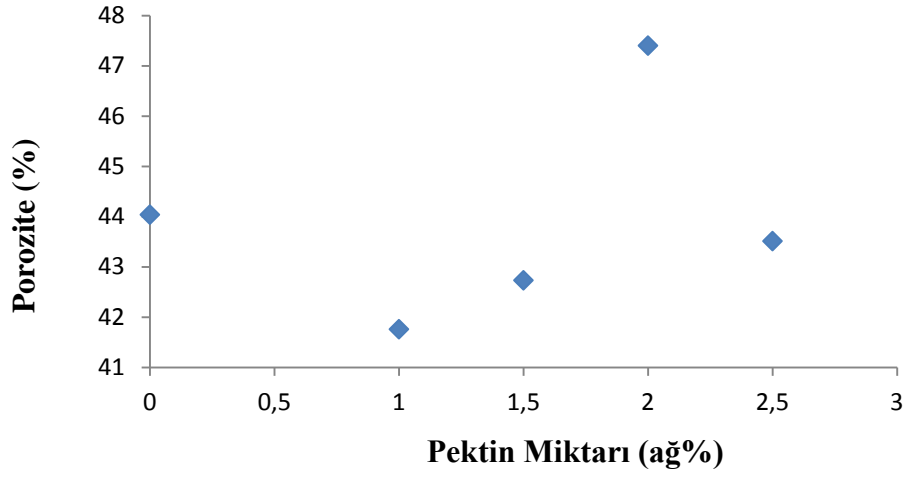
Çizelge 4.1 İkinci seri yaş numunelerin porozite analizi.

Numuneler	Yığın Yoğunluk (g/cm^3)	Porozite (%)
S	2.16	44.04
B1	2.23	41.76
B2	2.22	42.73
B3	1.99	47.40
B4	2.15	43.51

İkinci seri numunelerin porozite analiz sonuçları incelendiğinde pektinli numunelerin standart numuneye yakın değerlerde olduğu gözlenmiştir. Ancak sırasıyla %1 ve %1.5 oranında pektin içeren B1 ve B2 numunelerinin yığın yoğunluk değerlerinin diğer malzemelere ve standart malzemeye göre yüksek, porozite değerlerinin ise düşük çıkması dikkat çekicidir. Bu durumda, %1 ve %1.5 pektin ilavesinin alümina jel dökümünde uygun yığın yoğunluk ve porozite sağlama konusunda elverişli oldukları söylenebilir.



Şekil 4.8 İkinci seri yaş numunelerinyığın yoğunluk grafiği.



Şekil 4.9 İkinci seri yaş numunelerinin porozite grafiği.

Şekil 4.8 ve Şekil 4.9' da genel bir davranış biçimi olarak yığınsal yoğunluğu yüksek olan numunelerin porozite değerlerinin düşük olduğu gözlenmektedir.

4.5 Ön-Piřirim Sonrası Su Emme Analiz Sonuları

Ön-Piřirim iřlemi sadece ikinci seri numunelere uygulanmıřtır. Sinterleme iřlemi ön-piřirim olarak adlandırılmıřtır ünkü tam olarak gözenek giderimi saėlanamamıřtır. izelge 4.2' de yer alan su emme analiz sonuları incelendiėinde B1 numunesinin aık porozite ve su emme oranlarının diėerlerine göre dūřuk, yıėın yoėunluk sonuncunun ise yüksek olması ile ikinci seri sinterlenmiř numunelerin yař olarak yapılan porozite analizi sonularına benzerlik göstermektedir. B3 numunesinin ise su emme ve aık porozite sonucu yüksek, yıėın yoėunluk sonucu ise daha dūřuk olduėu grlmektedir. Burada tam olarak gözenek giderimi saėlanamasa da standart numune ile karřılařtırma yapmak mmkn olmuřtur. %1 oranında pektin ile gerekleřtirilen jel dkm iřleminin (B1 numunesi) standart bnyeye göre daha dūřuk su emmeye sahip olması olumlu bir bulgudur.

izelge 4.2 % 0.15 CaCl₂ ilaveli numunelerin piřirim sonrası fiziksel zellikleri.

Numuneler	Su Emme (g/cm ³)	Yıėın Yoėunluk (g/cm ³)	Grnr Yoėunluk(%)	Aık Porozite (%)
S	14.2	2.52	3.91	35.68
B1	13.2	2.56	3.88	33.95
B2	13.9	2.53	3.89	35.14
B3	17.2	2.25	3.68	38.83
B4	14.5	2.48	3.88	36.02

4.6 Ön-Piřirim Sonrası Klme Sonuları

Bu alıřma sonucuna göre pektin ieren numunelerde standart numuneye göre daha fazla klme olduėu grlmektedir. Bu durum standart numune dıřındaki numunelerde bulunan pektinin sinterleme iřlemi sonunda numunelerden uzaklařması ile klmenin standart numuneye göre yüksek ıkmasını aıklamaktadır. Daha nceden Bo Su ve arkadařları (2010), almina jel dkm iřleminde yumurta beyazı proteini kullandıkları alıřmalarında sinterleme sonrası klme oranının %15 olduėunu gstermiřlerdir.

Yine Jia ve arkadaşları 2002'de sodyum alginatın alümina jel dökümünde uygulanmasını incelemişlerdir ve küçülme oranını %15.7 bulmuşlardır. Bizim çalışmalarımızda bu oranın düşük çıkmasının sebebi olarak sinterleme işleminin tam anlamıyla yapılamaması düşünülmektedir. Yüksek su emme sonuçlarıyla birlikte düşük küçülme değerleri birlikte tam sinterleme olmadığını doğrular niteliktedir.

Çizelge 4.3 İkinci seri numunelerinin sinterleme sonrası küçülme yüzdeleri.

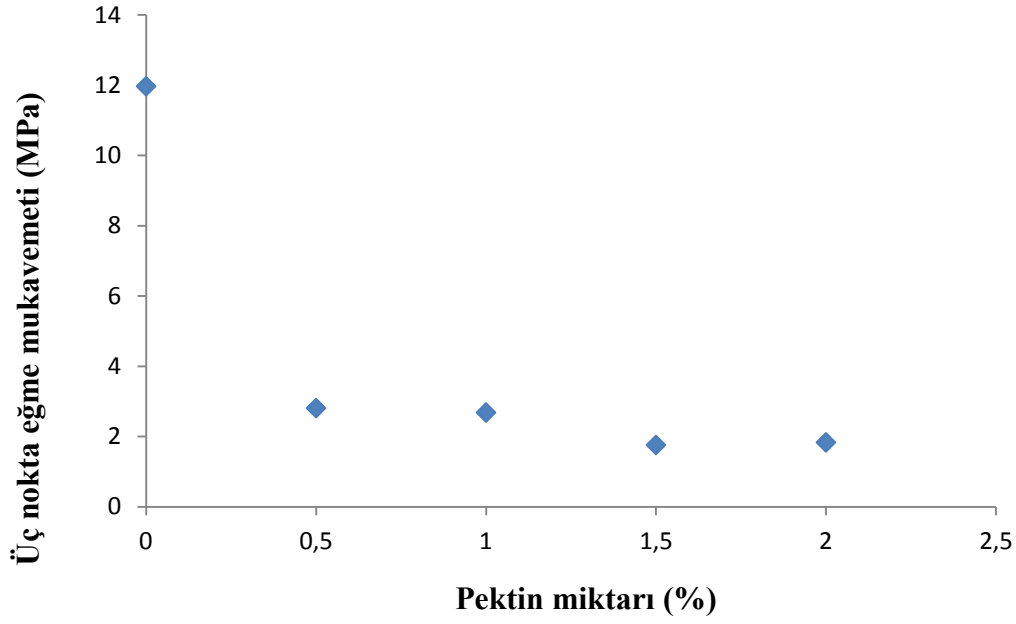
Numuneler	Pektin (kütlece %)	Küçülme (%)
S	-	3.89
B1	1	4.39
B2	1.5	4.13
B3	2	4.18
B4	2.5	5.03

4.7 Üç Nokta Eğme Mukavemet Analizi Sonuçları

Üç nokta eğme mukavemeti testleri her iki serinin yaş numunelerine ve ikinci serinin pişirilmiş numunelerine uygulanmıştır. Çizelge 4.4 ve Çizelge 4.5 ile Şekil 4.10 ve Şekil 4.11 yaş numunelerin mukavemet değerlerini göstermektedir.

Çizelge 4.4 Birinci seri (% 0.3 CaCl₂ kullanılması durumunda) yaş mukavemet.

Numuneler	Pektin (kütlece %)	Üç Nokta Eğme Mukavemeti (MPa)
S	-	11.97
A1	0.5	2.81
A2	1	2.68
A3	1.5	1.76
A4	2	1.83

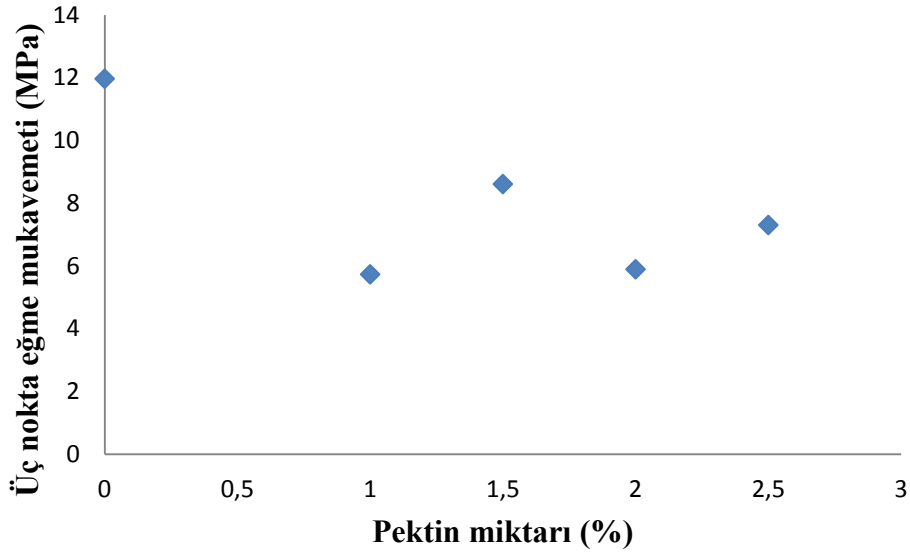


Şekil 4.10 Standart ve A1,A2,A3,A4 numunelerinin (Birinci seri) yaş mukavemet grafiği.

Çizelge 4.4' de ve Şekil 4.10' da yer alan sonuçlar değerlendirildiğinde pektin içeren numunelerin mukavemet değerlerinin standart numuneye göre oldukça düşük olduğu gözlenmiştir. Bu durumun nedeni olarak yüksek miktarda kullanılan CaCl_2 oranı düşünülmektedir. Jelleştirici olarak kullanılan ortama Ca^{+2} sağlayan CaCl_2 miktarının fazla olması süspansiyonların aniden jelleşmesine neden olarak hava kabarcıklarının uzaklaşmasına fırsat vermemiştir. Bu durum aniden sertleşen numunelerde gözenekli bir yapı oluşumuna neden olmuştur. Sonuç olarak mukavemet değerleri düşük çıkmıştır.

Çizelge 4.5 İkinci seri (% 0.15 CaCl_2 kullanılması durumunda) yaş mukavemet.

Numuneler	Pektin (kütlece %)	Üç Nokta Eğme Mukavemeti (MPa)
B1	1	5.73
B2	1.5	8.61
B3	2	5.89
B4	2.5	7.30



Şekil 4.11 Standart ve B1,B2,B3 ve B4 numunelerinin(İkinci seri) yaş mukavemet grafiği.

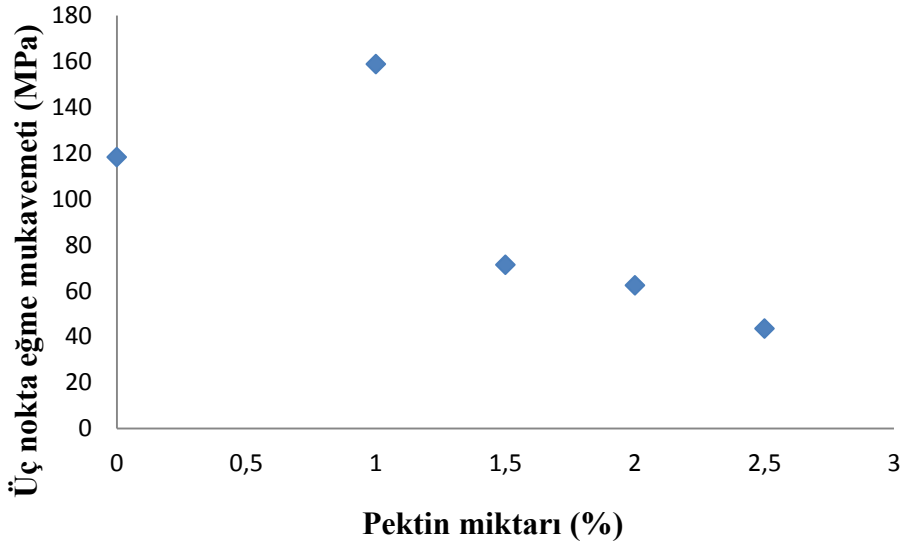
Çizelge 4.5’de ve Şekil 4.11’ de yer alan sonuçlar değerlendirildiğinde % 0.15 CaCl_2 kullanılması durumunda yaş mukavemet değerlerinin %0.3 CaCl_2 kullanımına göre önemli ölçüde arttığı gözlenmiştir. Çizelge 4.5’ teki en yüksek mukavemet değeri %1,5 pektin içeren numuneye ait olup 8.61 MPa değerindedir. Aynı miktarda (%1.5) pektin kullanılan ancak % 0.3 CaCl_2 ilavesiyle jelleştirilen süspansiyonun mukavemet değeri önceki seride 1.76 MPa olarak gözlenmiştir (Çizelge 4.4). Bu durum CaCl_2 miktarının önemini vurgulamıştır.

Jia ve arkadaşları 2002’de iki farklı çalışmada sodyum alginatın alümina jel dökümünde uygulanmasını incelemişlerdir ve kuru mukavemet değerini 8 MPa olarak tespit etmişlerdir. Bu durumda ikinci seride yer alan B2 numunesinin yaş mukavemet değerinin literatür ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Başarılı sonuçlar alınan ikinci seri, bir başka deyişle % 0.15 CaCl_2 ilaveli numuneler ve standart numune 1500 °C’ de ön-pişirim işlemine tabi tutulmuştur. Pişirilen numunelere ait üç nokta eğme mukavemeti testi sonuçları Çizelge 4.6’ de ve Şekil 4.12’ sunulmuştur.

Çizelge 4.6 İkinci seri (% 0.5 CaCl₂ kullanıldığında) sinterlenmiş malzeme mukavemeti.

Numuneler	Pektin (kütlece%)	Üç Nokta Eğme Mukavemeti (MPa)
S	-	118.29
B1	1	158.83
B2	1.5	71.68
B3	2	62.41
B4	2.5	43.56



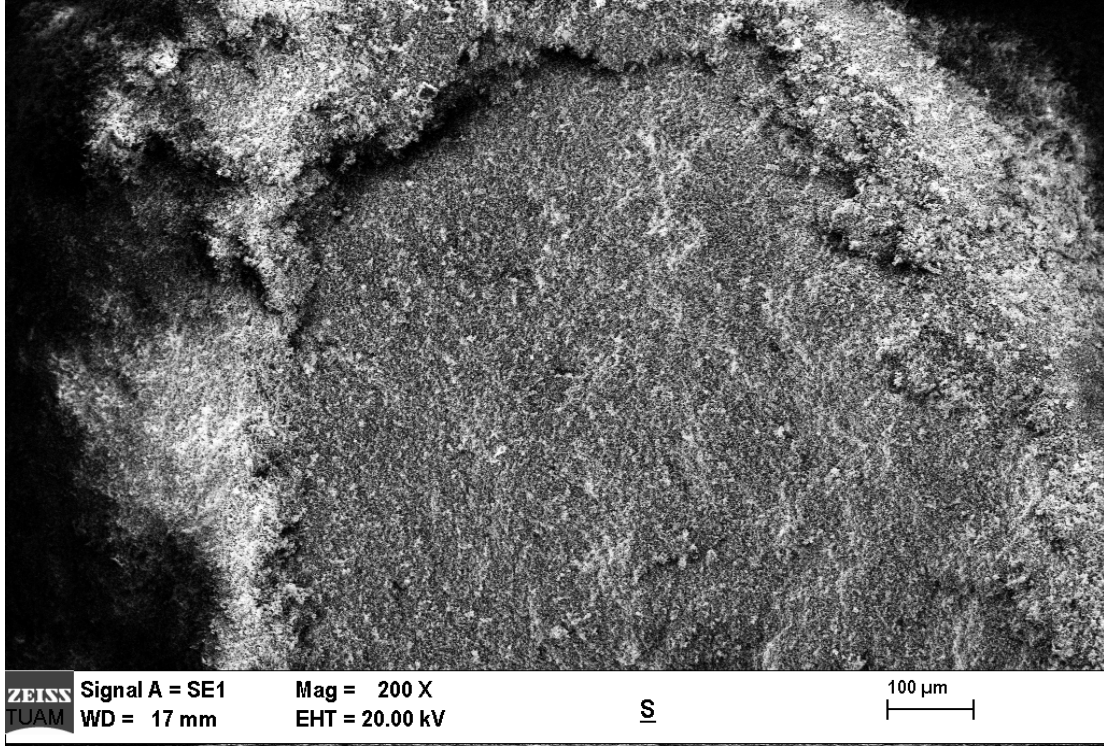
Şekil 4.12 Sinterlenmiş S,B1,B2,B3 veB4 numunelerinin (İkinci seri) mukavemet grafiği.

Sonuçlara göre, %1 pektin kullanılan numune mukavemet değerinin standart numuneye göre yüksek olduğu olduğu gözlenmiştir. Standart numune mukavemet değerinin 118.29 MPa olmasına rağmen %1 pektin içeren numune değeri 158.83MPa'dır. B1 numunesinin standart ve diğer numunelere göre su emme, porozite değerlerinin düşük olması, yığın yoğunluk değerinin ise yüksek çıkması mukavemet değerinin yüksek olma sebepleri arasında görülmektedir. Ön-pişirim öncesinde yaş mukavemet değeri en yüksek olan B2 numunesinin pişirim sonrası mukavemeti B1' den sonra ikinci en yüksek mukavemet değeri olmuştur. Bu duruma artan pektin miktarıyla birlikte yapıdan uzaklaşan pektinin geride bıraktığı gözenek miktarının yükselmesi sebep olmuştur. B2 numunesi B1' e göre daha fazla miktarda açık gözenekliliğe sahiptir.

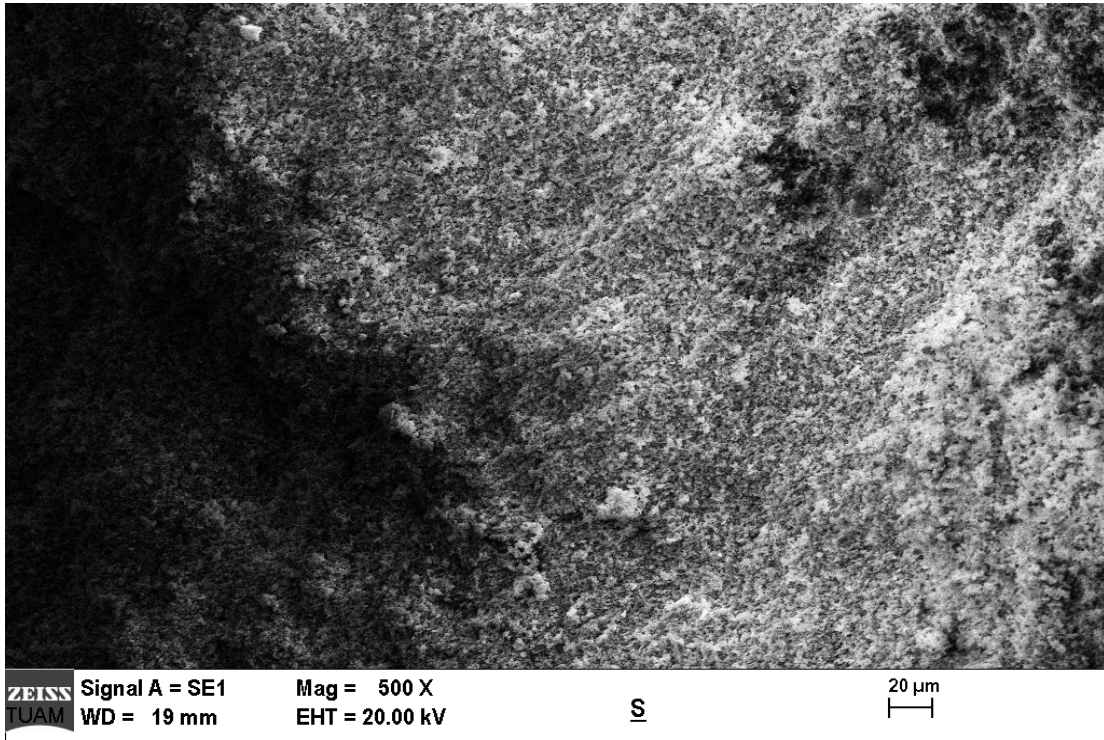
Ön-piştirim sonrası mukavemet değerlerini literatürde yer alan değerlerle sağlıklı bir şekilde karşılaştırmak mümkün değildir çünkü literatürde yer alan değerler tamamen sinterlenmiş numunelere aittir. Literatürde verilen örneklerin piştirim sonrası küçülme değerleri bizim çalışmamızdakilerden çok daha yüksektir. Örneğin, Zhang ve arkadaşlarının 2013'te gellan sakızı kullanılarak hazırladıkları alümina çözeltisinin jel döküm sonrasında sinterlenmiş olarak yapılan üç nokta eğme mukavemet testi sonucu en yüksek 300 ± 13 , en düşük 274 ± 19 değerlerinde bulunmuştur. Mukavemet değerleri verilen bu numunelerin küçülme değerleri sırasıyla yüzde 19,62 ve yüzde 18,32'dir. Xu ve arkadaşlarının 2015'te Curdlan polimeri kullanarak hazırladıkları alümina çözeltisinin jel döküm sonrası sinterlenerek yapılan üç nokta eğme mukavemet testi sonucu 325 ± 25 MPa çıkmıştır. Kumar ve arkadaşlarının ise 2007'de akrilamid monomerleri kullanarak oluşturdukları alümina çözeltisinin jel döküm sonrası sinterlenerek yapılan üç nokta eğme mukavemet testi sonucu ise 280 ± 80 MPa çıkmıştır. Tekrar belirtmek gerekir ki bu çalışmalarda da numuneler tam olarak sinterlenmiştir. Bizim numunelerimiz ise ön piştirime uğramıştır, tam piştirim söz konusu değildir. Bu nedenle üç nokta eğme mukavemetleri literatür ile sağlıklı bir şekilde kıyaslanamamıştır. Basınç altında sinterleme gibi teknikler kullanılarak tam sinterleme sağlanması ve mukavemet değerlerinin belirlenmesi sonrasında sağlıklı bir karşılaştırma yapılabilir.

4.8 Alümina Bünyelerin SEM Analiz Görüntüleri

Birinci seri yaş numunelerin taramalı elektron mikroskopundan elde edilen ikincil elektron görüntüleri farklı büyütme oranları için alınmış ve Şekil 4.13-4.27 arasında verilmiştir. Buna göre birinci çalışmadaki yaş numunelerin standart numuneye ve ikinci çalışma numunelere göre oldukça gözenekli oldukları gözlenmiştir. Bu durumu üç nokta eğme mukavemet değerlerinin çok düşük olması da açıklamaktadır. Jel döküm işlemi sırasında jelleşmenin çok hızlı olması ve buna bağlı olarak hava kabarcıklarının numunelerden uzaklaştırılmaması bu durumun temel sebebidir.

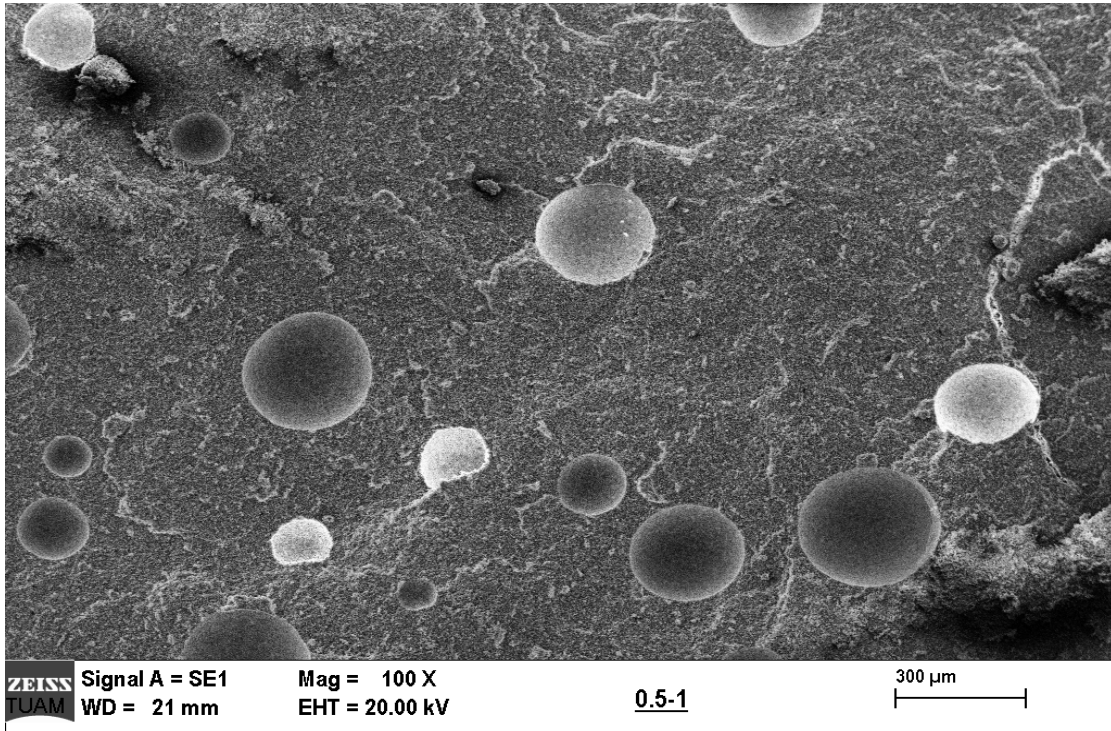


Şekil 4.13 Standart numuneye ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).

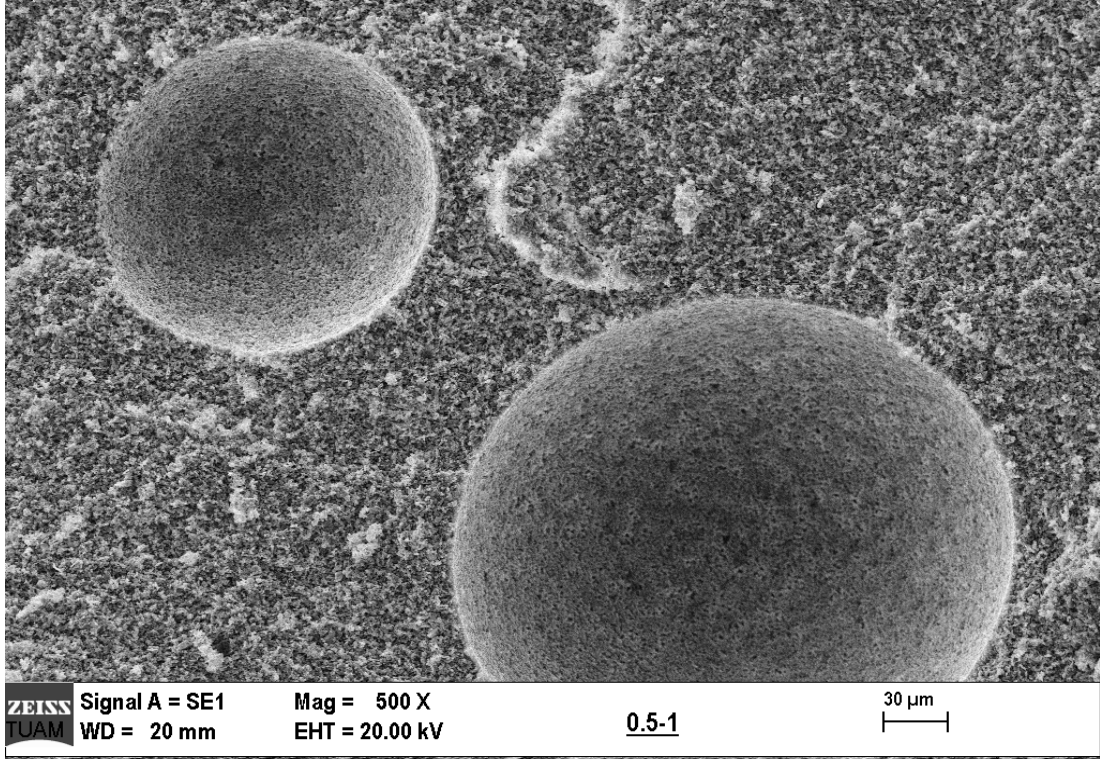


Şekil 4.14 Standart numuneye ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).

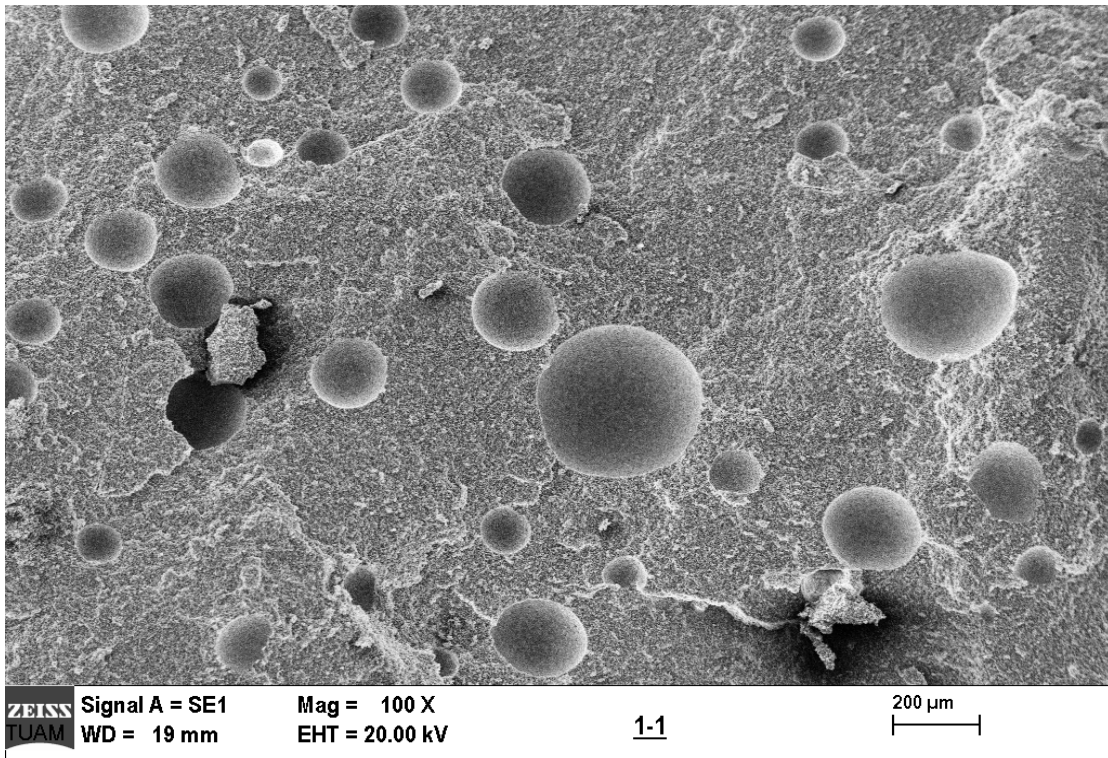
Şekil 4.13 ve Şekil 4.14' de görüldüğü üzere standart numunede hava kabarcığı oluşumu gözlenmemiştir. Bu durum standart numunenin yüksek olan yoğunluk ve mukavemet değerlerinin bir kanıtı niteliğindedir. Şekil 4.15 ve 4.16' da birinci seri numunelerinden %0.5 pektin kullanılmış olan A1 numunesine ait ikincil elektron görüntüleri sunulmuştur. A1 numunesinde farklı boyutlarda çok sayıda hava kabarcığı gözlenmiştir. Hava kabarcıkları döküm işlemi sırasında jelleşmenin çok hızlı olmasından kaynaklanmış ve A1 bünyesinin gözenekli ve yaş mukavemeti düşük bir numune olmasına sebep olmuştur. Şekil 4.17-4.22 arasında ise birinci serinin diğer bünyeleri için ikincil elektron görüntüleri verilmiştir. A2, A3 ve A4 bünyelerinin ikincil elektron görüntüleri incelendiğinde, A1 ile benzer şekilde tüm bünye içerisine dağılmış farklı boyutlarda kabarcıkların varlığı gözlenmiştir. Bu serinin yaş mukavemet değerlerinin düşük olmasının sebebinin bu gözenekli yapıları olduğu tespit edilmiştir. Artan pektin miktarıyla birlikte gözenek şekillerinin tam küresellikten uzaklaştığı gözlenmiştir. Bu durumun sebebi, artan pektin miktarıyla birlikte viskozitenin artması ve buna bağlı olarak gözenek içindeki havanın yüksek basınç altında ezilerek tam yuvarlak bir gözenek oluşturamamasıdır.



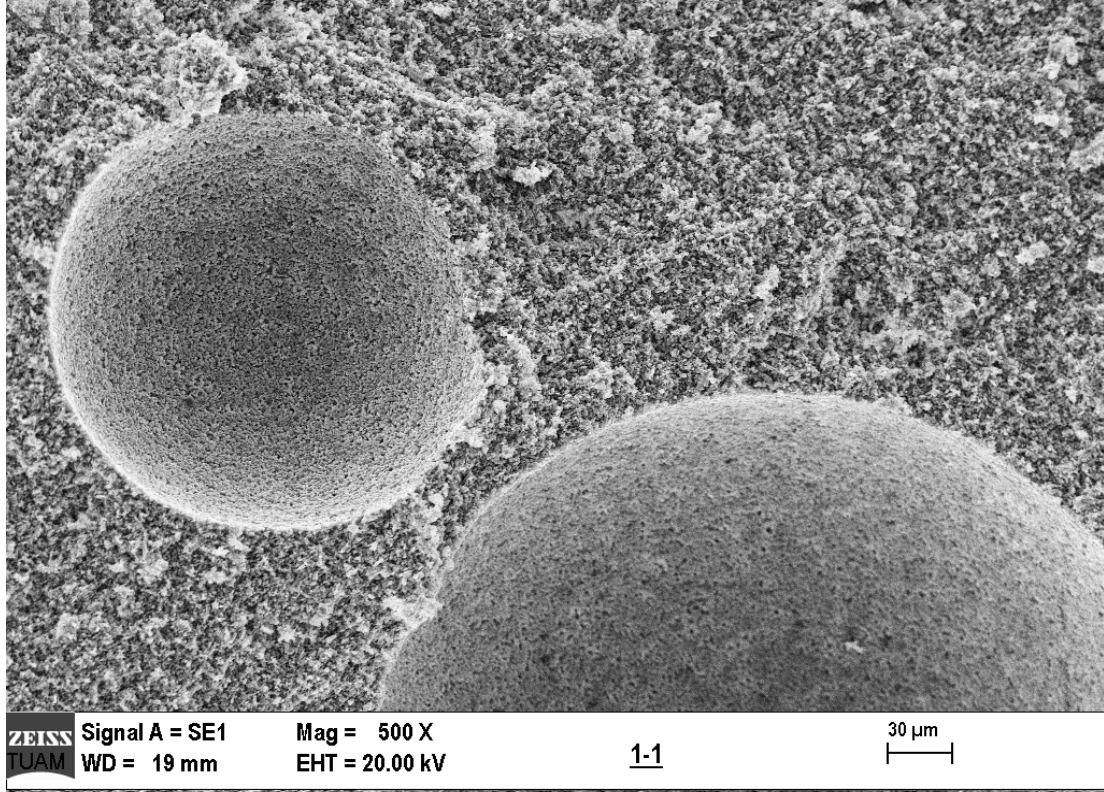
Şekil 4.15 A1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).



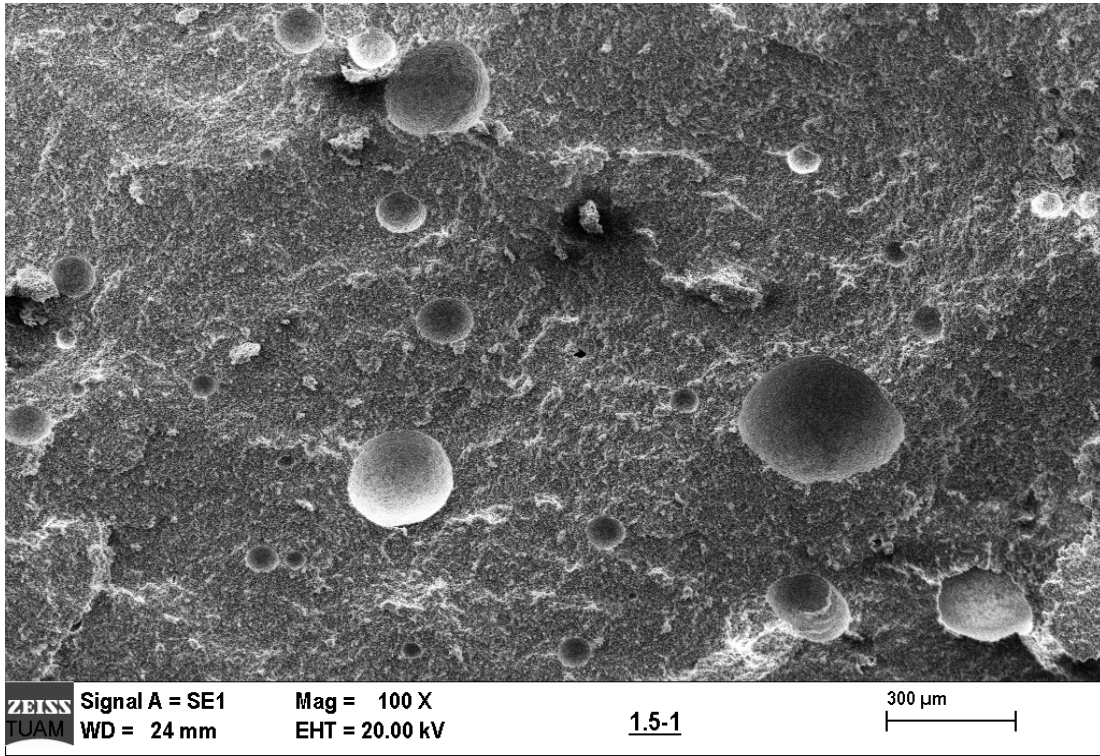
Şekil 4.16 A1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).



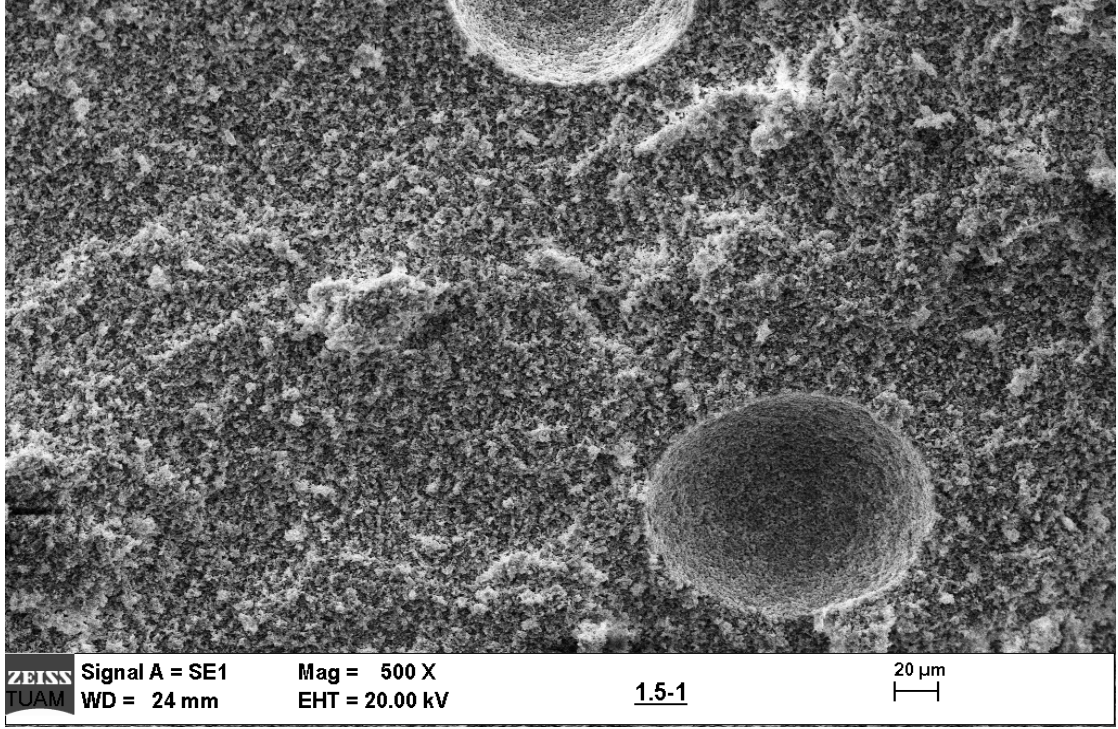
Şekil 4.17 A2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).



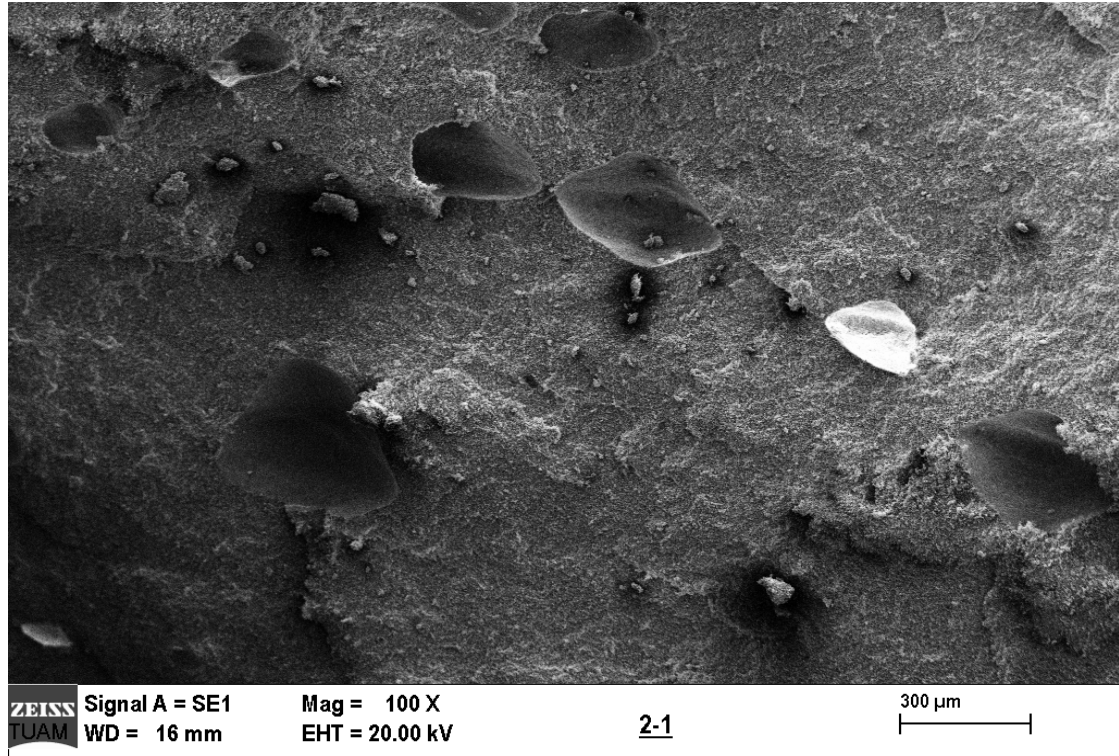
Şekil 4.18 A2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).



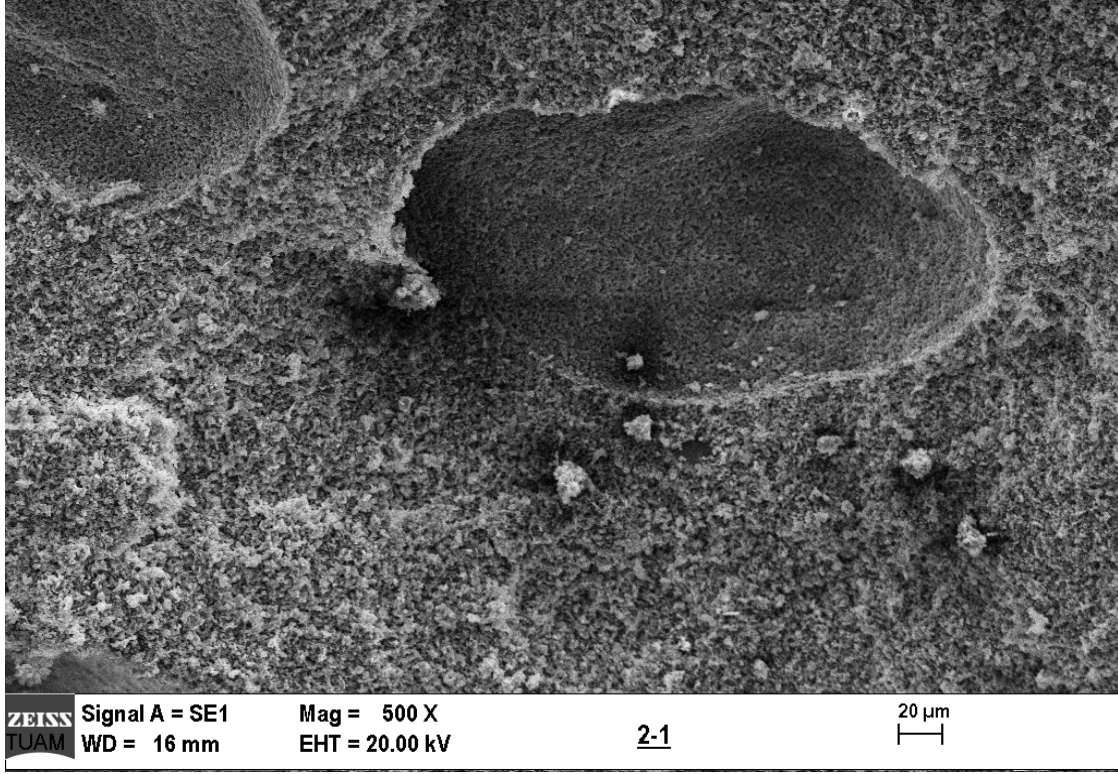
Şekil 4.19 A3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).



Şekil 4.20 A3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500kez büyütme).

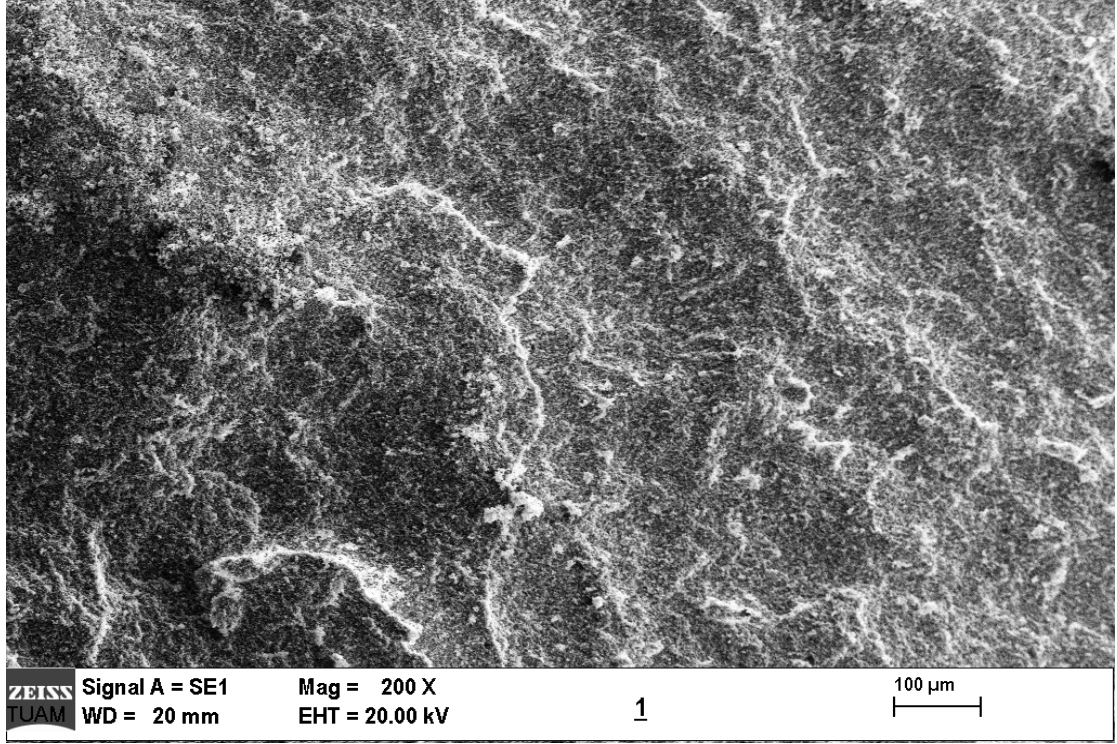


Şekil 4.21 A4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (100 kez büyütme).

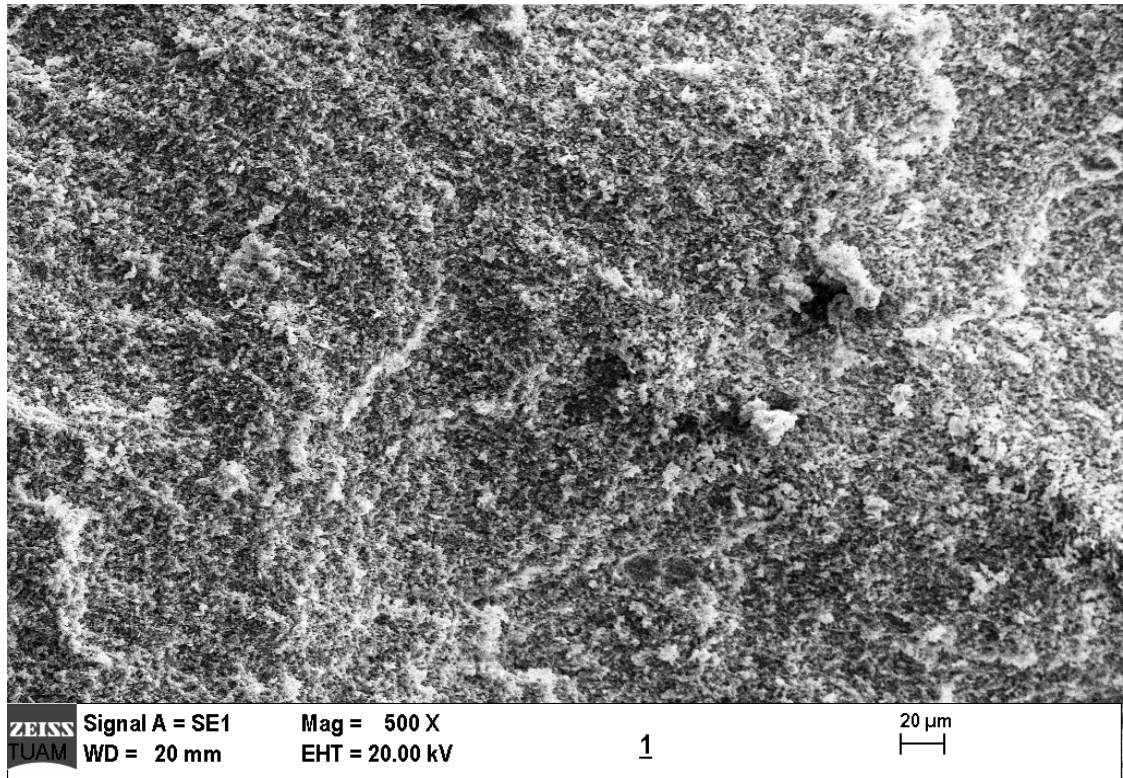


Şekil 4.22 A4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).

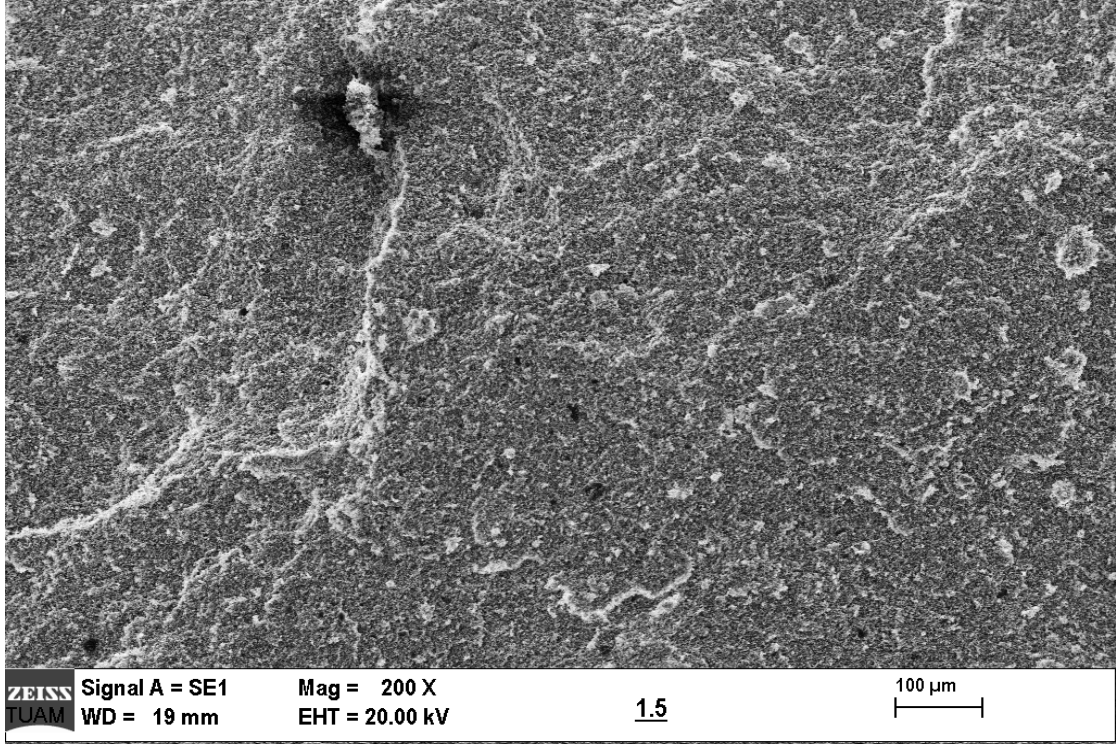
İkinci seride elde edilen yaş numunelerin ikincil elektron görüntüleri farklı büyütme değerleri için Şekil 4.23-4.30 arasında sunulmuştur. Mikroyapı görüntüleri incelendiğinde bu seride genel olarak birinci seri numunelerden daha az fakat standart numuneden daha fazla gözenekliliğin olduğu görülmektedir. Bu numunelerde jel döküm işlemini gerçekleştirmek için yeterli süre olmasına rağmen hava kabarcıklarının tam olarak uzaklaşmadıkları tespit edilmiştir. Tüm numuneler içerisinde B3 numunesi ise oldukça fazla gözeneğe sahiptir. B3 numunesine ait porozite değerleri incelendiğinde diğer numunelere göre yığın yoğunluk değerinin düşük, porozite değerinin ise yüksek olduğu görülmektedir. Mukavemet değeri ise 5.89 MPa olup 5.73 MPa olan B1 numunesine yakın ancak diğer numunelerden düşük değerde bulunmaktadır



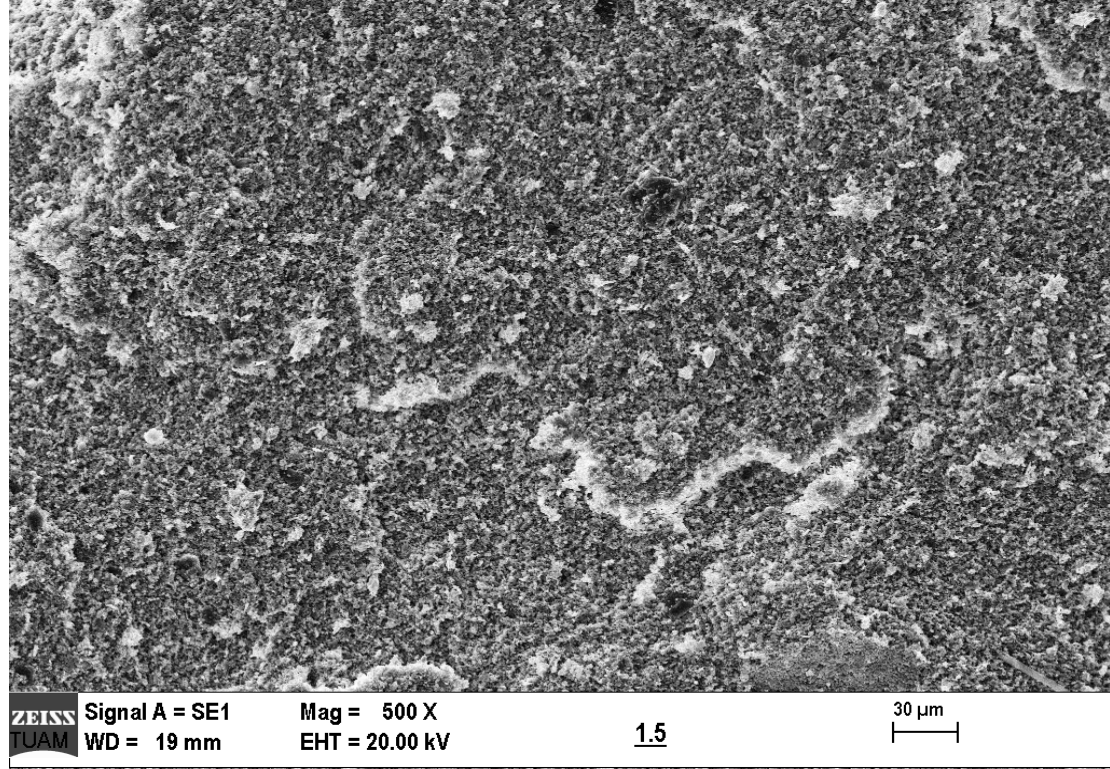
Şekil 4.23 B1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).



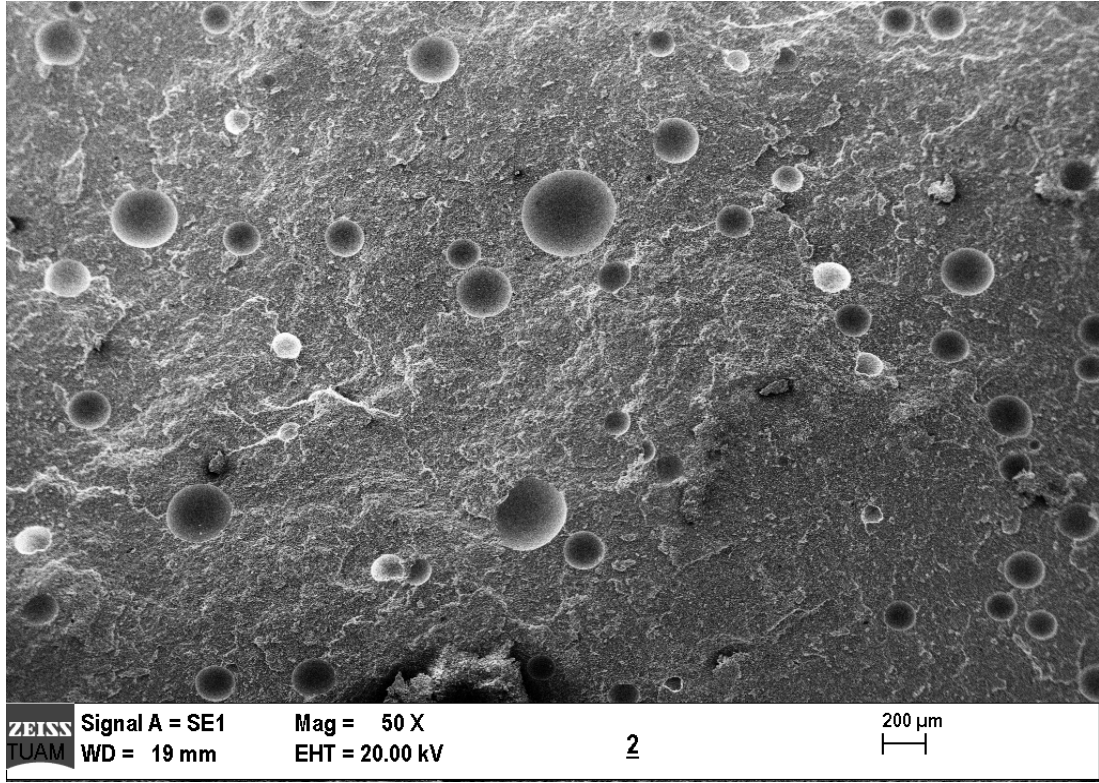
Şekil 4.24 B1 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).



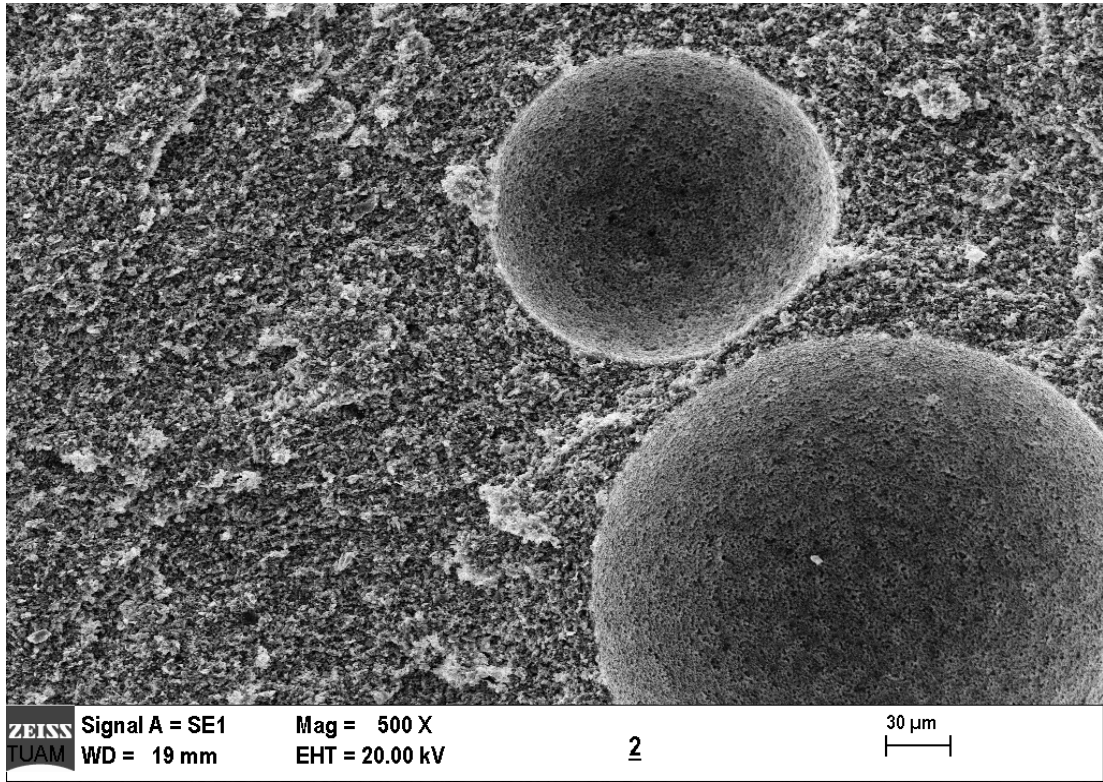
Şekil 4.25 B2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).



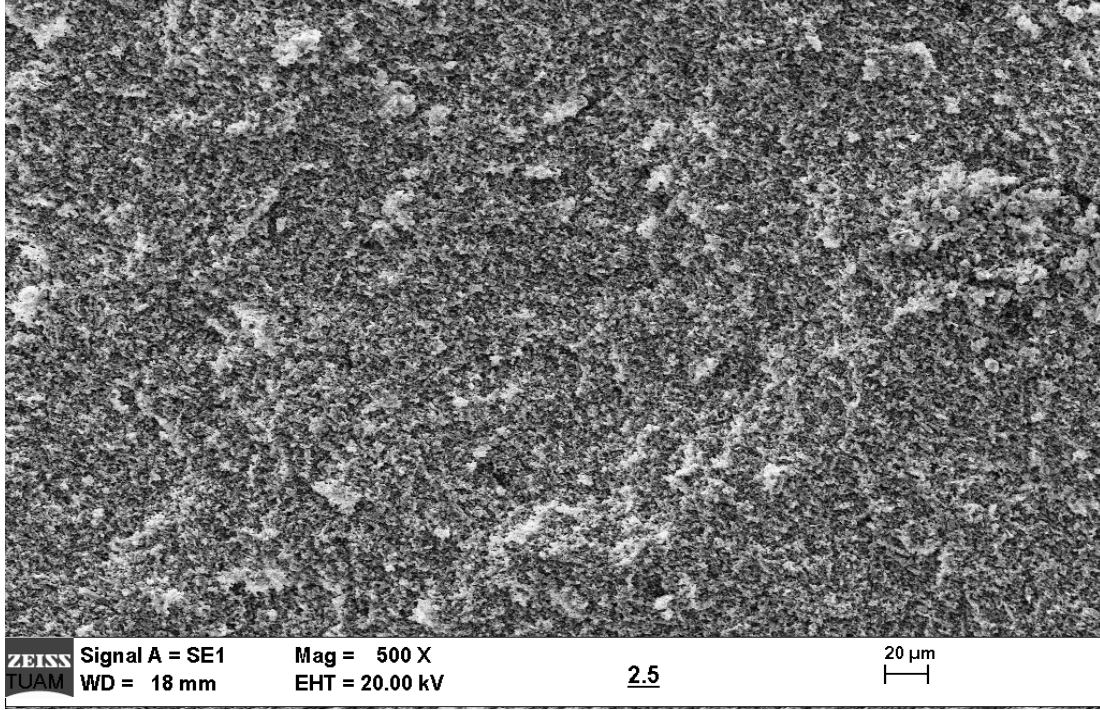
Şekil 4.26 B2 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).



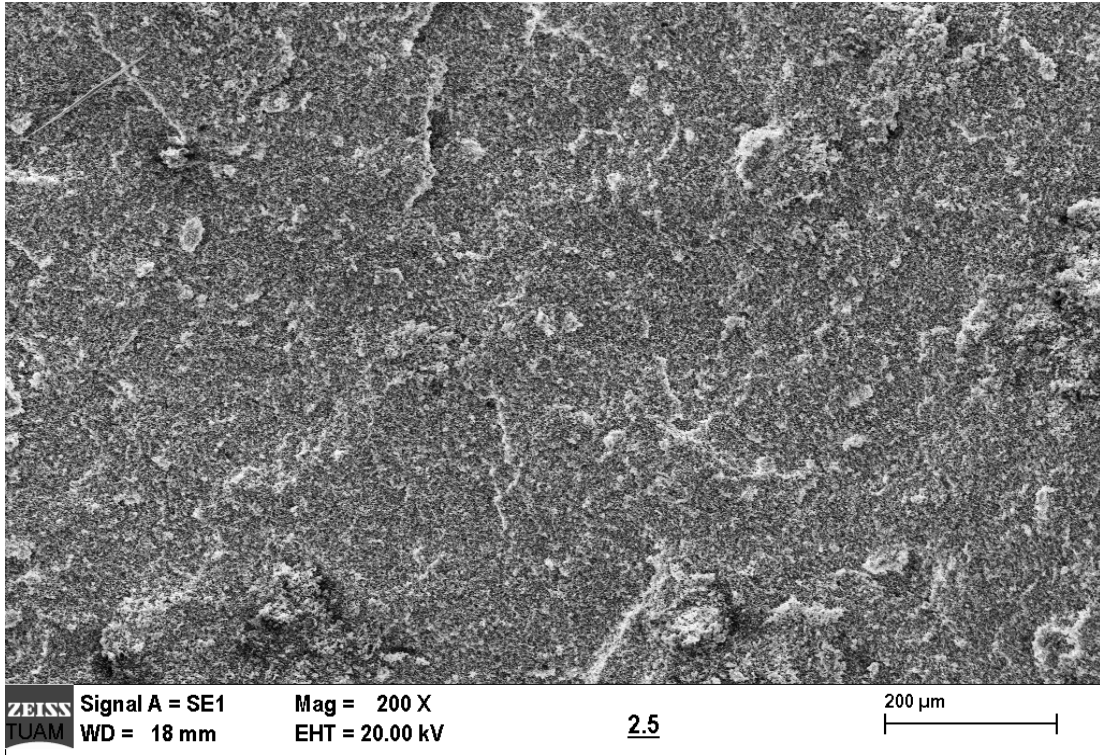
Şekil 4.27 B3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (50 kez büyütme).



Şekil 4.28 B3 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).

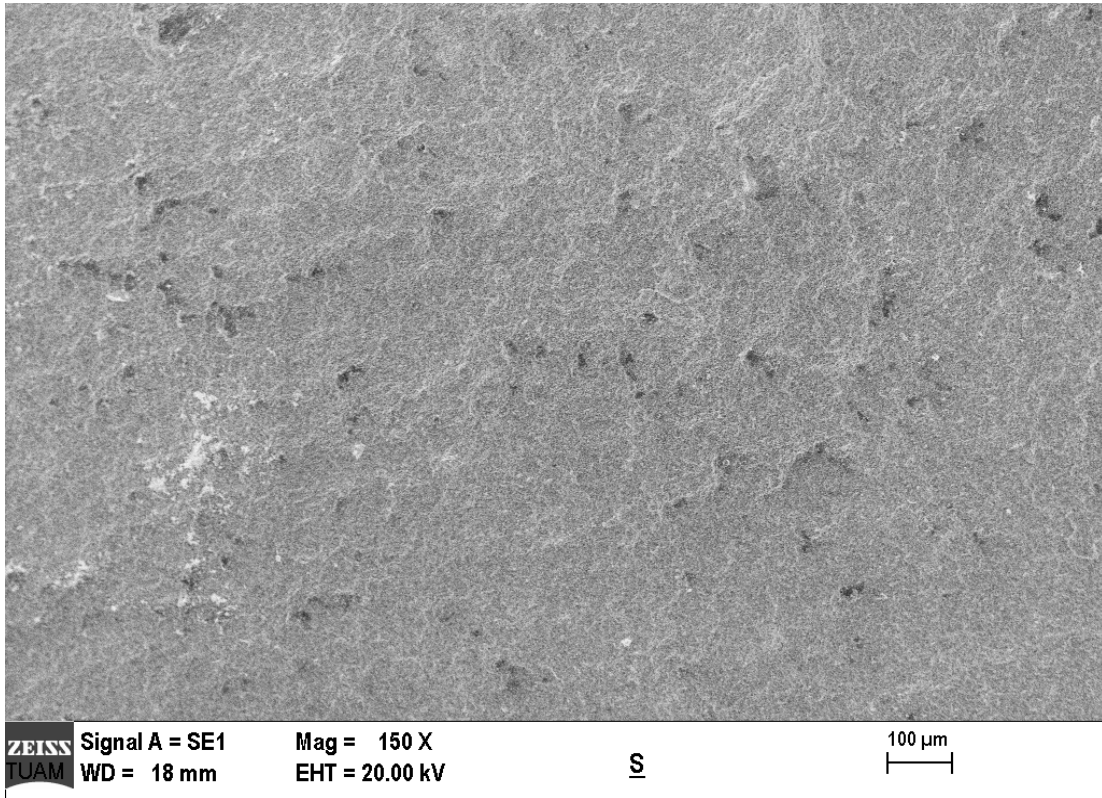


Şekil 4.29 B4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (500 kez büyütme).

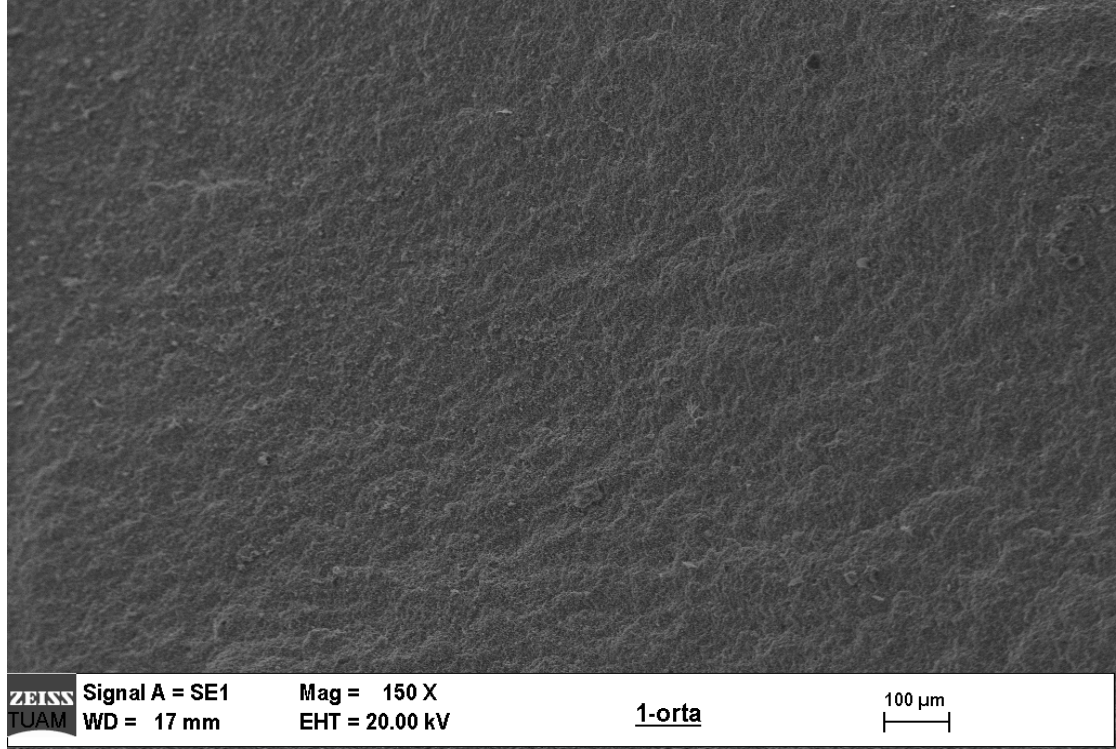


Şekil 4.30 B4 numunesine ait ikincil elektron görüntüsü (200 kez büyütme).

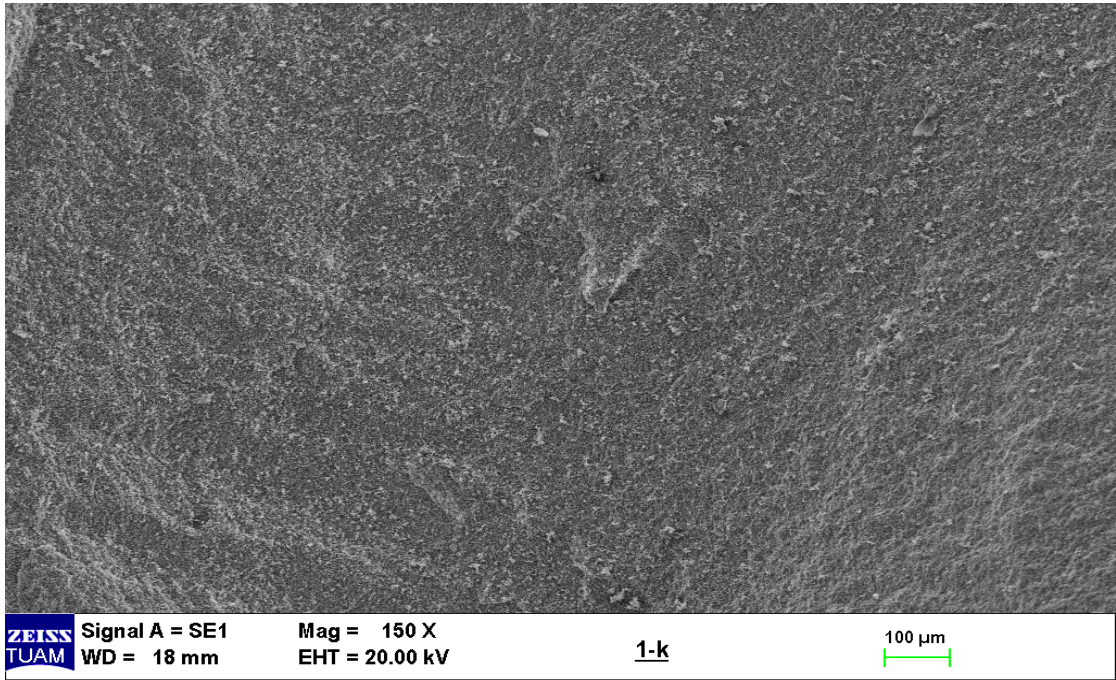
Ön-piřirim sonrası numunelerin taramalı elektron mikroskobugörüntüleri Şekil 4.31-4.38 arasında sunulmuřtur. Sinterlenmiř numunelerin mikroyapı analiz görüntüleri incelendiğinde bünyelerinde bulunan hava kabarcıklarının tamamen uzaklařmadığı görölmektedir. Numunelerin orta kısımları gözeneksiz olsa bile kenar bölgelerde gözenekler uzaklařmadan kalmıřtır. Yař analizlerde olduđu gibi B3 numunesinin diđerlerine göre daha gözenekli olduđu görölmektedir. Bu durum sinterleme sonrası yapılan su emme analiz sonuçları incelendiğinde de yığın ve görünür yoğunluğunun diđer numunelere göre düşük; su emme, porozite deđerlerinin yüksek deđerlerde olmasını açıklamaktadır. B1 numunesinin mikroyapı analiz sonuçlarına bakıldıđında gözeneklilik bulunmamaktadır. Bu durum B1 numunesinin yığın yoğunluk deđerlerinin yüksek, porozite, su emme deđerlerinin düşük olmasıyla ve üç nokta eđme mukavemet deđerinin yüksek çıkmasıyla da açıklanabilmektedir.



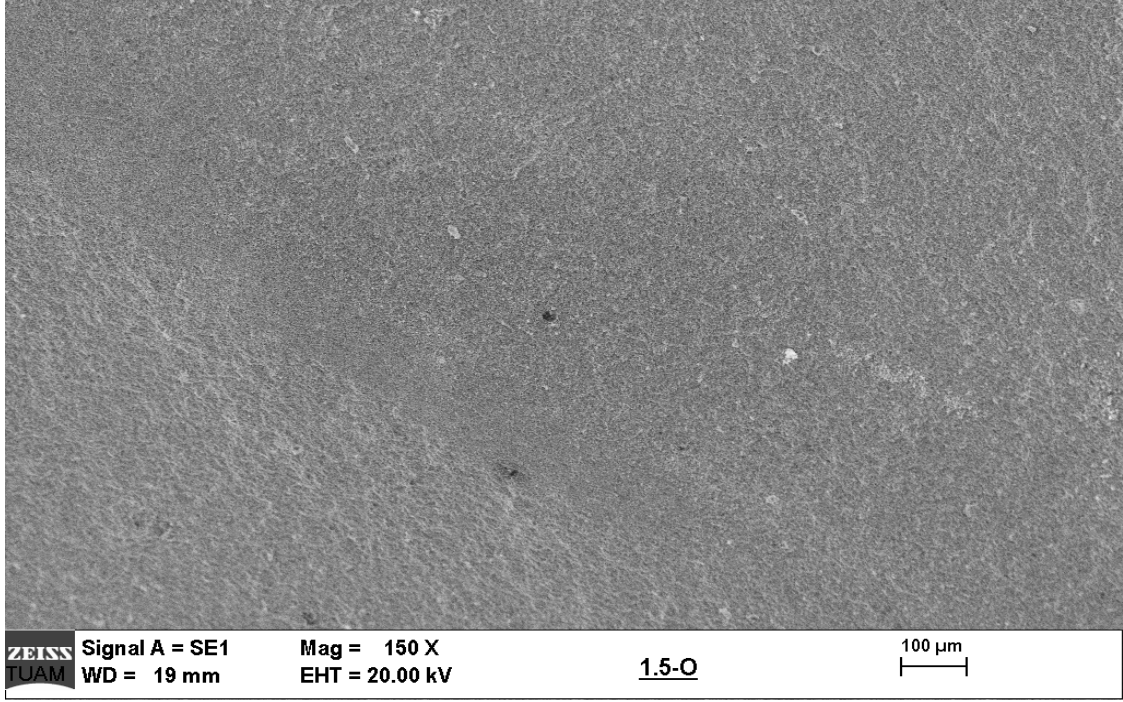
Şekil 4.31 Sinterlenmiř standart numuneye ait ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).



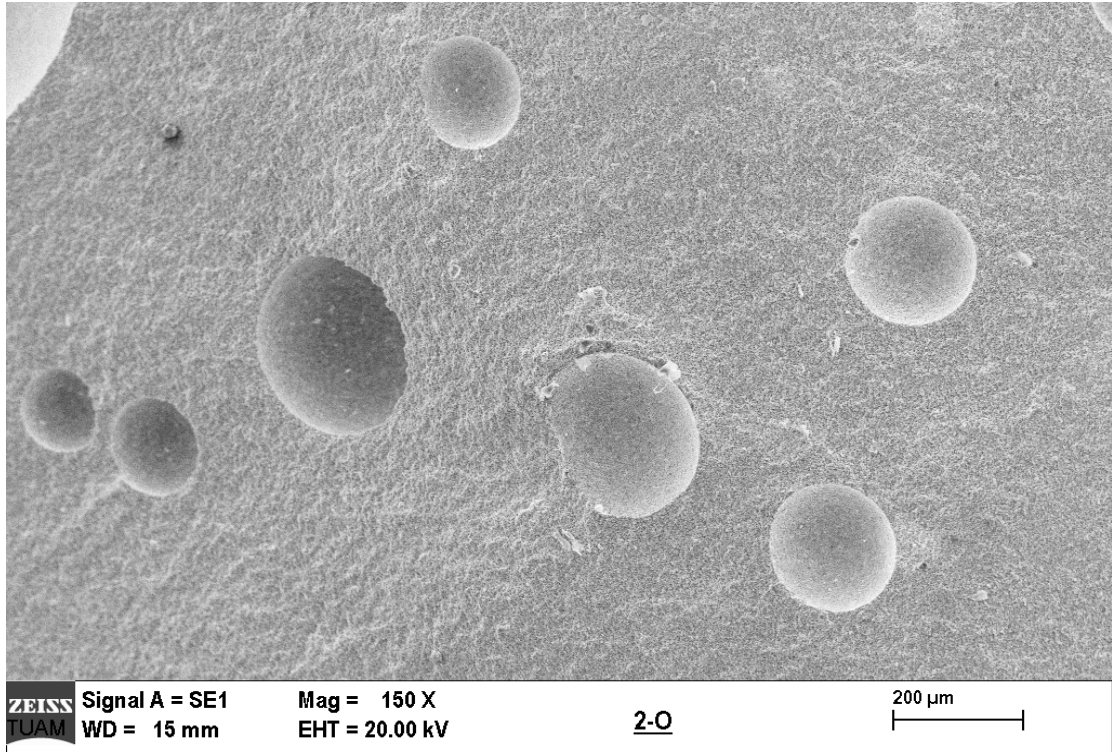
Şekil 4.32 Sinterlenmiş B1 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü(150 kez büyütme).



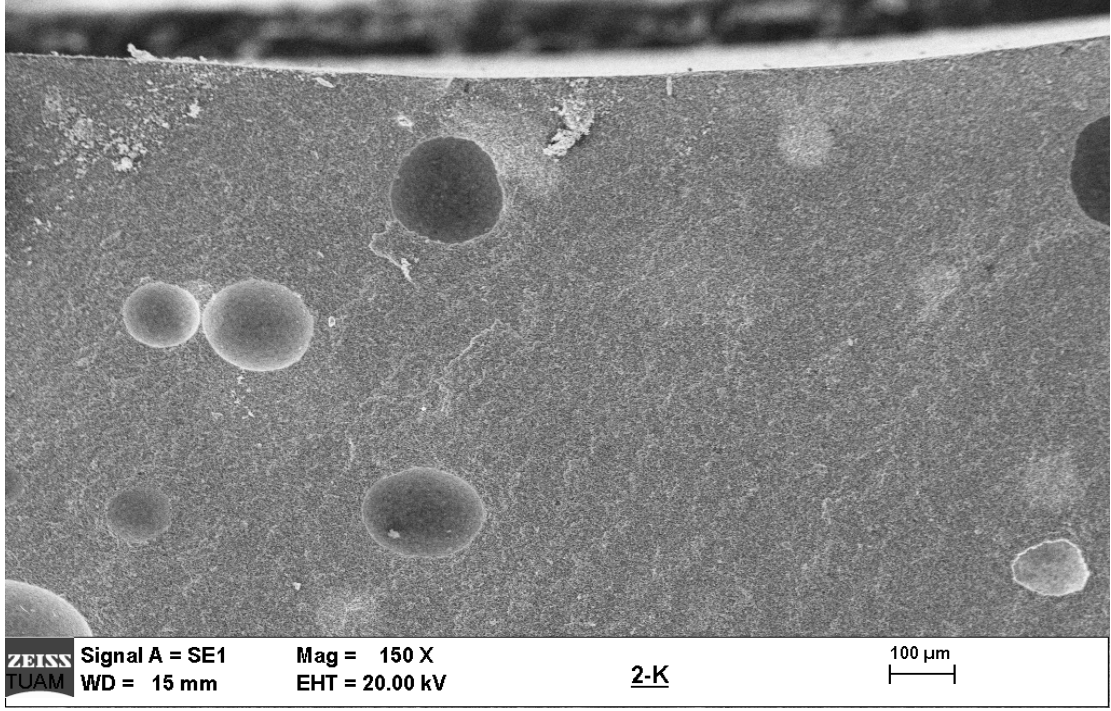
Şekil 4.33 Sinterlenmiş B1 numunesine ait kenar bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).



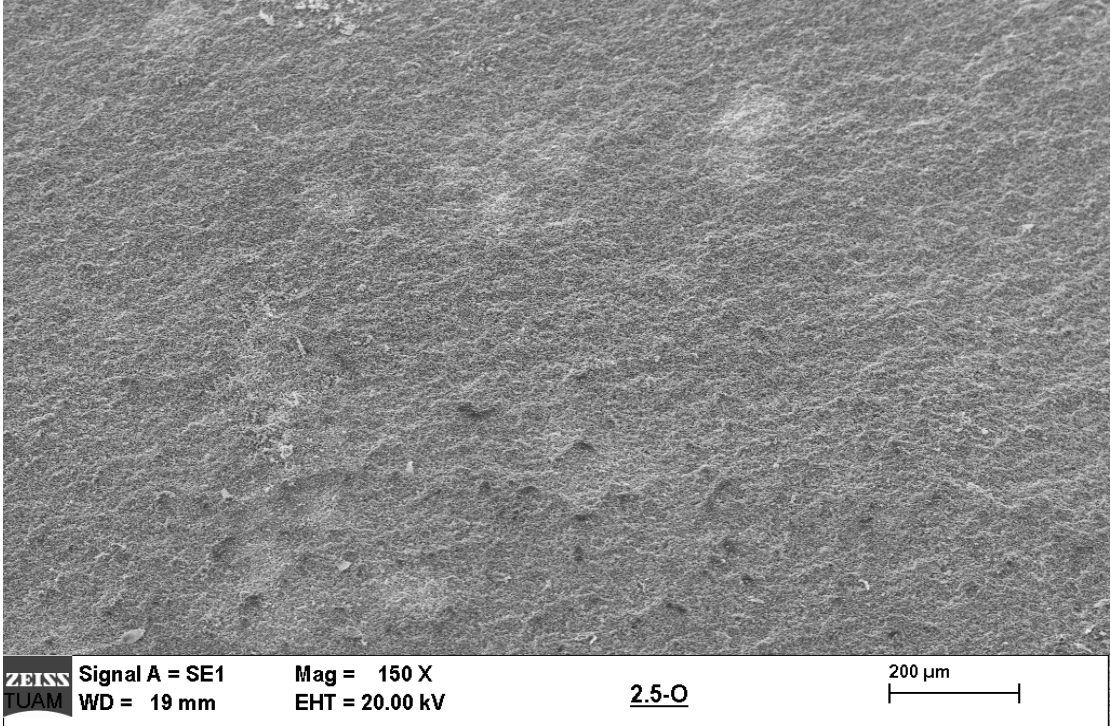
Şekil 4.34 Sinterlenmiş B2 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).



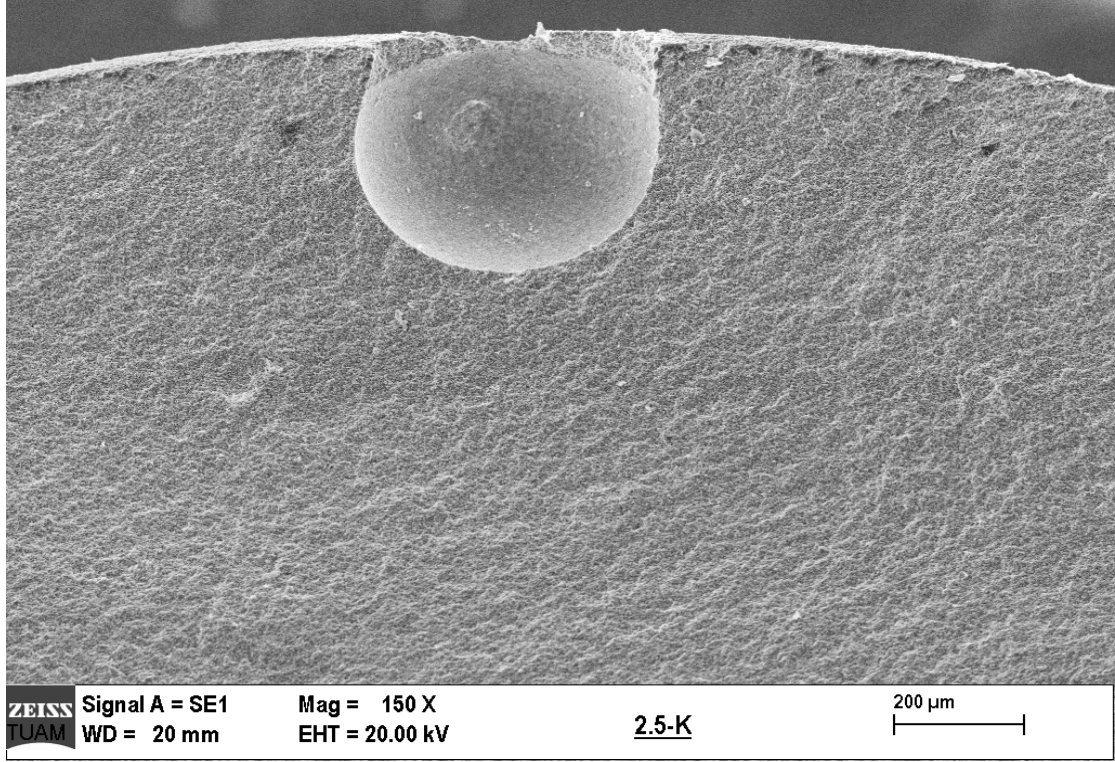
Şekil 4.35 Sinterlenmiş B3 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).



Şekil 4.36 Sinterlenmiş B3 numunesine ait kenar bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).



Şekil 4.37 Sinterlenmiş B4 numunesine ait orta bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).



Şekil 4.38 Sinterlenmiş B4 numunesine ait kenar bölgeden alınmış ikincil elektron görüntüsü (150 kez büyütme).

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu çalışmada farklı oranlarda pektin ilavesiyle şekillendirilmiş alümina numunelerin fiziksel ve mekanik özellikleri karşılaştırılmıştır. Standart numuneler için alçı kalıp kullanılmıştır. Jel döküm işlemi ise gözeneksiz silikon kalıplarda gerçekleştirilmiştir. Döküm sonrasında kurutulan numunelere üç nokta eğme mukavemeti testleri ve mikroyapı analizleri gerçekleştirilerek değerlendirmeler yapılmıştır. Kurutulmuş numuneler 1500 °C' de sinterlenmiş ve sinterlenme sonrası üç nokta eğme mukavemeti, gözeneklilik tayinleri ve mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir.

Sonuçlara göre pektin miktarı ile birlikte jelleşmeyi başlatan jelleştirici madde olan CaCl₂' ün miktarının da çok önemli olduğu görülmüştür. İkinci seri olan %0.15 CaCl₂ kullanılan bünyelerin yaş mukavemet değerleri oldukça yüksek bulunmuştur. Bu seride en yüksek mukavemet değeri %1.5 pektin içeren numuneye ait olup 8.61 MPa değerindedir. Standart numunenin yaklaşık 11 MPa olan mukavemet değerine oldukça yakındır. Başarılı olan bu serinin pişirim sonrası fiziksel ve mekanik özellikleri de incelenmiştir.

Pişirim sonrasında pektin miktarı %1.5 değerinden daha fazla artırıldığında açık porozite artmakta ve görünür yoğunluk değerleri azalmaktadır. Artan pektin miktarının pişirim sonrası gözenekliliği artırarak mukavemet değerinde düşüşe neden olduğu sonucuna varılmıştır. Standart numune ve pektin içeren numunelerin tümü tam olarak sinterlenmiş olmaktan oldukça uzaktır. Yüksek gözeneklilik ve düşük küçülme değerleri tam bir sinterleme sağlanamadığını göstermektedir. Ancak bu çalışmada gerçekleştirilmiş olan ön pişirim işlemi karşılaştırma açısından yararlı olmuştur. Bunun yanında sinterleme sonrası %1 pektin kullanılan numunenin mukavemet değerinde standart numuneye göre bir artış gözlenmiştir. Standartnumune mukavemet değerinin 118.29 MPa olmasına rağmen %1 pektin içeren numune değeri 158.83MPaolarak tespit edilmiştir. Numunelerdeki hava kabarcıklarının uzaklaştırılmasının yanında sinterleme şartlarının değiştirilmesi durumunda mukavemet değerlerinin artabileceği öngörülmektedir.

Mikroyapı analizleri sonuçlarına göre, pektin içeren numunelerin orta kısımlarının yoğun, gözeneksiz bir yapıda iken kenar bölgelerinde numuneyi terkedememiş hava kabarcıklarının olduğu gözlenmiştir. Bu durum artan pektin miktarıyla birlikte açık gözenekliliğin artışı açıklamaktadır. Ayrıca ileride yapılacak çalışmalarda hava kabarcığı uzaklaştırma işleminin daha etkili yapılması durumunda pektin ile jel döküm yoluyla şekillendirilmiş numunelerin daha yüksek mukavemet değerlerine sahip olarak elde edilebileceği düşünülmektedir.

İkinci seride üretilen bünyeler sinterlenerek üç nokta eğme mukavemet analizi yapılmıştır ve analiz sonuçlarının standartlar altında olduğu gözlenmiştir. Burada daha sağlıklı bir sonuç alabilmek için sinterleme, sıcaklık ve şartlarının değiştirilebileceği öngörülmüştür. Bu çalışmada % 2 pektin kullanımında su emme, açık porozite oranının diğer numunelere göre fazla olduğu gözlenmiştir.

Alümina bünyelerde pektin kullanılarak oluşturulan çözeltilerin silikon kalıplara dökümünden sonra vakumlu etüvde bünyelerdeki hava kabarcıklarının ve suyun uzaklaştırılması için 60 °C'de yarım saat bekletilmişti ancak yaptırılan analizlerde bünyelerdeki hava kabarcıklarının uzaklaşmadığı görülmüştür. Gelecek çalışmalarda bekleme süresinin uzun tutulmasıyla bu sorunun ortadan kalkabileceği öngörülmüştür.

6.KAYNAKLAR

- Anand, R., (2014). Preparation of dense alumina ceramic by slip casting method. For the Degree of Bachelor of Tecnology, National Institute of Tecnology Rourkela, Department of Ceramic Engineering, Rourkela.
- Chan, S.Y., Choo, W.S., Young, D.J., Loh, X.J. (2017). Pectin as a rheology modifier: Origin, structure, commercial production and rheology . *Carbohydrate Polymers* **161**:118–139.
- Chen, Y., Xie, Z., Yang, J. and Huang, Y. (1999). Alumina casting based on gelation of gelatine. *Journal of the European Ceramic Society*, **19**:271-275.
- Chenhui, J., Jiandong, Y. and Yun, H. (2008). Modified-starch Consolidation of Alumina Ceramics. **23**: 558-561.
- Çalışkan, F. (2016). Seramiklerin Şekillendirilmesi.
- Einhorn-Stoll, U. (2017). Pectin-water interactions in foods - From powder to gel. *Food Hydrocolloids Article in press*:1-11.
- Erdemoğlu, M., Birnci, M. ,and Uysal, T. (2018). Kil minerallerinden alümina üretimi: güncel değerlendirmeler. *Politeknik Dergisi*, **21**:387-396.
- Fraeye, I., Duvetter, T., Doungla, E., Loey, A. V. and Hendrickx, M. (2010). Fine-tuning the properties of pectinecalcium gels by control of pectin fine structure, gel composition and environmental conditions. *Trends in Food Science & Technology*, **21**:219-228.
- Girgin, İ. (1984). Boksit Dışı Kaynaklardan Alümina Üretimi. *Bilimsel Madencilik Dergisi*, **23**:7-14.
- Günay, D., (2006), Alüminyum Sektörü Hakkında Bir Değerlendirme, Ekonomik ve Sosyal Araştırmalar Müdürlüğü Türkiye Kalkınma Bankası.
- Hacıoğlu, S., (2007), Seydişehir Boksitinin Öğütme Boyutunun Ekstraksiyon Verimine ve Süresine Etkisi. Gazi Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

- He,X., Su,B., Zhou, X., Yang, J., Zhao, B., Wang, X., Yang, G., Tang, Z. and Qiu, H. (2011). Gelcasting of alumina ceramics using an egg white protein binder system. *Ceramics – Silikáty*, **55**: 1-7.
- Jiaa,Y., Kanna,Y. and Xie, Z.P. (2003). Fabrication of alumina green body through gelcasting process using alginate. *Materials Letters*, **57**:2530–2534.
- Jia, Y., Kanno, Y. and Xie, Z. (2002). New gel-casting process for alumina ceramics based on gelation of alginate. *Journal of the European Ceramic Society*, **22**: 1911–1916.
- Kastner, H., Einhorn-Stoll, U. and Senge, B. (2012). Structure formation in sugar containing pectin gels e Influence of Ca⁺² on the gelation of low-methoxylated pectin at acidic pH. *Food Hydrocolloids*, **27**: 42-49.
- Kumar J.V.R., Roopa H.N. and Rao R.R.(2007). Colloidal processing and gel casting of alumina. International Conference on Advanced Materials and Composites,INDIA, Oct. 24-26,679-683.
- Milla'n, A.J., Nieto, M.I. and Moreno, R. (2002). Near-net shaping of aqueous alumina slurries using carrageenan. *Journal of the European Ceramic Society*,**22**: 297–303.
- Munro, C.D. and Plucknett, K.P. (2011). Agar-Based aqueous gel casting of barium titanate ceramics. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, **8**: 597–609.
- Omatete,O.O., Janney,M.A. andNunn, S.D. (1996). Gelcasting: fromlaboratory development toward industrial production.*Journal of the European Ceramic Society***17**:407-413.
- Okudan, M.D. (2014). Bayer Prosesi Atık Yan Ürünlerinden Laboratuvar ve Pilot Çapta Metallerin Geri Kazanımı. Doktora Tezi, Süleyman Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Olhero, S.M., Tari, G., Coimbra, M.A. And Ferreira, J.M.F. (2000). Synergy of polysaccharide mixtures in gelcasting of alumina. *Journal of the European Ceramic Society*,**20**: 423-429.

- Özgün, M.A. (2012), Kırmızı Çamur Üretimi ve Değerlendirme Olanakları. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Saini, J., Prabhakar, V. and Kumar, R. (2013).Alumina. *International Journal of Current Engineering and Technology*, **3**:1679-1685.
- Sekizinci BeşYıllık Kalkınma Planı Madencilik Özel İhtisas Komisyon Raporu Boksit Çalışma Grubu Raporu,2001.
- Studart, A.R., Pandolfelli, V. C., Tervoort, E. and Gauckler, L. J. (2002). Gelling of alumina suspensions using alginic acid salt and hydroxyaluminum diacetate. *J. Am. Ceram. Soc.*, **85**:2711–18.
- Şahin, S. (1999). Böhmitik Boksitin Yapısında Bulunan Alüminyum Hidroksitin Alkali Çözeltilerindeki Çözünürlüğü. *Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **1**:987-992.
- Tari, G. (2016). Gelcasting ceramics: A review.*American Ceramic Society Bulletin*, **82** : 43-46.
- Terzier, F. (2011). Yerli Kaynaklardan Reaktif Alümina ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,Afyon.
- Tong, J. and Chen, D. (2004). Preparation of alumina by aqueous gelcasting. *Ceramics International*,**30**:2061–2066.
- Xie, Z., Huang, Y., Chen, Y.and Jia, Y. (2001). A new gel casting of ceramics by reaction of sodium alginate and calcium iodate at increased temperatures. *Journal of Materials Science Letters*,**20**: 1255 – 1257.
- Xu, j., Zhang, Y., Gan, K., Zhang, X., Qu, Y., Ma, N. And Yang, J.(2015). A novel gel casting of alumina suspension using curdlan gelation. *Ceramics International*, **41**: 10520–10525.
- Yürüyen,S., (2011). Talk-Kaolen-Alümina Seramik Sisteminde Sordiyerit Oluşumuna Mekanik Aktivasyonun Etkisi.Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- Zhang Y., Xu, J., Qu, Y., Xi, X. and Yang, J. (2014). Gelcasting of alumina suspension using gellangum asgelling agent. *Ceramics International*, **40**: 5715–5721.

İnternet Kaynakları

- 1) https://www.metalurji.org.tr/dergi/dergi141/d141_2530.pdf, 28.11.2018
- 2) https://www.metalurji.org.tr/arsiv/05_sektorel_rapor/aluminyum_raporu.pdf,
28.11.2018
- 3) https://www.metalurji.org.tr/dergi/dergi161/d161_1729.pdf, 28.11.2018
- 4) <http://inovatifkimyadergisi.com/aktif-alumina>, 28.11.2018
- 5) https://www.metalurji.org.tr/dergi/dergi153/d153_2027.pdf, 28.11.2018
- 6) <https://malzemebilimi.net/ileri-teknoloji-seramikleri.html>, 28.11.2018
- 7) <https://malzemebilimi.net/ileri-teknoloji-seramik-cesitleri.html>, 28.11.2018
- 8) http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:http://www.almatis.com/mia/1566/lr_applications_for_alumina_in_the_automotive_market_ca_2015.pdf,
20.12.2018
- 9) <http://malzeme.aku.edu.tr/wp-content/uploads/sites/88/2016/03/M%C3%9CL-II-SERAM%C4%B0K-DERS-NOTU.pdf>, 27.12.2018
- 10) <https://www.kalsiyum.gen.tr/kalsiyum-klorur.html>, 26.12.2018

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Nuriye Göktaş
Doğum Yeri ve Tarihi : Afyonkarahisar 10.03.1986
Yabancı Dili : İngilizce
İletişim (Telefon/e-posta) : nry_goktas@hotmail.com

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Afyon Lisesi, (1999-2002)
ÖnLisans : Pamukkale Üniversitesi, Kimya Teknolojisi,
(2008-2010)
Lisans : Anadolu Üniversitesi, Kamu yönetimi (2006-2011)
Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, KimyaMühendisliği
Bölümü, (2012-2015)
Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri
Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı,
(2017-